KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



TRABZON



KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünce

Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih :/Tezin Savunma Tarihi::/

Tez Danışmanı :

Trabzon

ÖNSÖZ

Yüksek lisans eğitimim boyunca değerli vaktini, bilgi ve birikimlerini hiçbir zaman benden esirgemeyen, çalışmalarım boyunca göstermiş olduğu sabır ve özverisiyle beni destekleyen değerli danışman hocam Sayın Prof. Dr. Bülent ÖZTÜRK' e teşekkürü bir borç bilirim.

Numunelerimin kaplanma sürecinde bana yardımcı olup değerli vaktini ayıran, bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşan, laboratuvar imkanlarından yararlanmamı sağlayan Sayın Doç. Dr. Ebru Emine ŞÜKÜROĞLU' na ve Sayın Öğr. Gör. Süleyman ŞÜKÜROĞLU' na teşekkürlerimi sunarım.

Yapmış olduğum aşınma deneylerindeki yardımları için Arş. Gör. Sadun KARABIYIK 'a ve Arş. Gör. Yaşar SERT' e teşekkürlerimi iletirim.

Lisans ve yüksek lisans eğitimim süresince yaptığı yardımlardan, bilgi ve tecrübelerini paylaşımından dolayı bölümümüz Arş. Gör. Zafer GÖLBAŞI'na çok teşekkür ederim.

Ayrıca bazı laboratuvar çalışmalarımda bana yardımcı olan arkadaşım Fatma Zehra SOLMAZGÜL'e ve meslektaşım Yüksek Mühendis Yavuz Selim KILIÇARSLAN'a teşekkür ederim.

En özel teşekkürlerimi aileme sunmak istiyorum. Hayatımın her anında yanımda olup, göstermiş oldukları destekleriyle başarılarımı temellendiren, bana varlıkları ile güç, mutluluk ve huzur veren; babam Kemal YELKENCİ' ye, annem Sevim YELKENCİ' ye ve her mutluluk ve sıkıntı anımda yanımda olan kardeşim Yasin YELKENCİ' ye sonsuz teşekkür ederim.

Bu çalışma Karadeniz Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından FBA-2018-7437 numaralı proje ile desteklenmiştir. Maddi desteklerinden dolayı Karadeniz Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi çalışanlarına teşekkürlerimi sunarım.

Eda YELKENCİ Trabzon, 2020

TEZ ETİK BEYANNAMESİ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum "Mikro Ark Oksidasyon İşlemi Uygulanmış Ti6Al4V Alaşımının Yapısal ve Triboloijk Özelliklerinin İncelenmesi" başlıklı bu çalışmayı başından sonuna kadar danışmanım Prof. Dr. Bülent ÖZTÜRK' ün sorumluluğunda tamamladığımı, verileri kendim topladığımı, analizleri ilgili laboratuvarlarda yaptığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun şekilde davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 14/05/2020

Eda YELKENCİ

İÇİNDEKİLER

<u>Sayfa No</u>

ÖNSÖZ	
TEZ ETİK	BEYANNAMESİIV
İÇİNDEKİ	LERV
ŞEKİLLEF	R DİZİNİIX
TABLOLA	AR DİZİNİXI
SEMBOLI	LER DİZİNİXII
1.	GENEL BİLGİLER1
1.1.	Giriş
1.2.	Titanyum ve Titanyum Alaşımları
1.2.1.	Titanyumun Tarihçesi
1.2.2.	Titanyum Metalinin Genel Yapısal Özellikleri
1.2.3.	Titanyum Alaşımları
1.2.3.1.	α Alaşımları
1.2.3.2.	β Alaşımları
1.2.3.3.	$\alpha + \beta$ Alaşımları
1.2.4.	Ti6Al4V Alaşımı
1.2.5.	Titanyum ve Alaşımlarının Uygulama Alanları8
1.2.5.1.	Biyomalzeme Uygulamalarında Titanyum8
1.2.5.2.	Endüstriyel Uygulamalarda Titanyum10
1.3.	Mikro Ark Oksidasyon 11
1.3.1.	Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Tarihçesi11
1.3.2.	Mikro Ark Oksidasyon Prosesi ve Düzeneği11
1.3.3.	Mikro Ark Oksidasyon İşlemini Etkileyen Parametreler 17
1.3.3.1.	Elektriksel Parametreler
1.3.3.1.1.	Voltaj
1.3.3.1.2.	Akım Yoğunluğu 18
1.3.3.1.3.	Frekans ve Vuruş Oranı
1.3.3.2.	İşlem Süresi

1.3.3.3.	Altlık Malzeme	20
1.3.3.4.	Elektrolitik Çözelti Parametresi	20
1.3.4.	Mikro Ark Oksidasyonun Avantaj ve Dezavantajları	21
1.3.5.	Mikro Ark Oksidasyonun Uygulama Alanları	.22
1.4.	Titanyum Dioksit (TiO ₂)	23
1.5.	Aşınma	25
1.5.1.	Aşınma Türleri	26
1.5.1.1.	Abrazyon Aşınması	26
1.5.1.2.	Adezyon Aşınması	28
1.5.1.3.	Korozyon Aşınması	. 29
1.5.1.4.	Yorulma Aşınması	. 29
1.5.1.5.	Erozyon Aşınması	30
1.6.	Literatür Özetleri	31
2.	YAPILAN ÇALIŞMALAR	.37
2.1.	Numune Hazırlama	.37
2.2.	Mikro Ark Oksidasyon İşlemi	.37
2.3.	Karakterizasyon İncelemeleri	. 39
2.3.1.	Kaplama Kalınlık Ölçümü	. 39
2.3.2.	Üç Boyutlu (3D) Yüzey Profilometrisi	. 39
2.3.3.	SEM Analizleri	40
2.3.4.	XRD Analizileri	40
2.4.	Tribolojik Özelliklerin İncelenmesi	41
3.	BULGULAR	43
3.1.	Karakterizasyon İncelemele Bulguları	43
3.2.	Tribolojik Özellik Bulguları	50
4.	İRDELEME	67
4.1.	Kaplamaların Yapısal Özelliklerinin İrdelemesi	67
4.2.	Tribolojik Özelliklerin İrdelemesi	70
5.	SONUÇLAR	73
6.	ÖNERİLER	.74
-		
7.	KAYNAKLAR	75

Yüksek Lisans Tezi

ÖZET

MİKRO ARK OKSİDASYON İŞLEMİ UYGULANMIŞ TI6A14V ALAŞIMININ YAPISAL VE TRİBOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Eda YELKENCİ

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı Danışman: Prof. Dr. Bülent ÖZTÜRK 2020, 84 Sayfa

Bu çalışmada, fosfat katkılı (MAO-F) ve alüminat katkılı (MAO-A) olmak üzere iki farklı çözelti içerisinde, MAO işleminin diğer tüm parametreleri sabit tutularak Ti6Al4V alaşımının yüzeyi seramik oksit ile kaplanmıştır. MAO işleminin ardından elde edilen kaplamaların yüzey pürüzlülüğü ve kalınlığı sırasıyla 3D yüzey profilometre ve Eddy-Current metodu ile ölçülüp faz kompozisyonları ve yüzey morfolojileri ise XRD ve SEM ile analiz edilmiştir. Tribolojik özelliklerin tayini için 1 N, 2,5 N ve 5 N'luk üç farklı yük altında, normal şartlar altında ve oda sıcaklığında alümina (Al₂O₃) aşındırıcı bilya ile ball-on-disc aşındırma tekniği kullanılmıştır.

Elde edilen sonuçlara göre, MAO işlemi ile Ti6Al4V alaşımının üzerinde pürüzlü ve gözenekli kaplamalar oluşturulmuştur. Kaplamaların kalınlıkları ve pürüzlülük değerleri elektrolitik çözeltisine bağlı olarak değişmiştir. Her iki kaplamanın faz kompozisyonlarının anataz, rutil ve az miktarda altlık malzemeden gelen Ti metalinden oluştuğu tespit edilmiştir. Numunelerin sürtünme katsayıları artan yükle azalmıştır. Tüm numunelerde en yüksek sürtünme katsayısı 1 N yük değerinde elde edilmiştir. Ayrıca 1 N yük altında MAO-A numunesinin aşınma hacim kaybı miktarının MAO-F numunesinden düşük olduğu görülmüştür. 2,5 N ve 5 N yüklerinde MAO-F numunesi, MAO-A numunesine göre daha yüksek bir aşınma direnci sergilemiştir.

Anahtar Kelimeler: Mikro Ark Oksidasyon, Ti6Al4V, Ball-on-disc, Aşınma

Master Thesis

SUMMARY

INVESTIGATION OF STRUCTURAL AND TRIBOLOGICAL CHARACTERISTICS OF Ti6Al4V ALLOY APPLIED MICRO ARC OXIDATION PROCESS

EDA YELKENCİ

Karadeniz Technical University The Graduate School of Natural and Applied Sciences Metallurgical and Materials Engineering Graduate Program Supervisor: Prof. Dr. Bülent ÖZTÜRK 2020, 84 Pages

In this study, the surface of the Ti6Al4V alloy was coated with ceramic oxide in two different solutions: phosphate-added (MAO-F) and aluminate-added (MAO-A), keeping all other parameters of the MAO process constant. The surface roughness and thickness of the coatings obtained after the MAO treatment were measured by 3D surface profilometer and Eddy-Current method, respectively, and phase compositions and surface morphologies were analyzed with XRD and SEM. For the determination of tribological properties, ball-on-disc etching technique with alumina (Al₂O₃) abrasive ball was used under three different loads of 1 N, 2,5 N and 5 N, under normal conditions and at room temperature.

According to the results obtained, rough and porous coatings were formed on the Ti6Al4V alloy by the MAO process. The thickness and roughness values of the coatings varied depending on the electrolytic solution. The phase compositions of both coatings were found to consist of anatase, rutile and Ti metal from a small amount of backing material. The friction coefficients of the samples decreased with increasing load. The highest friction coefficient was obtained at 1 N load value in all samples. It was also found that the wear volume loss of the MAO-A sample under 1 N load was lower than the MAO-F sample. At 2,5 N and 5 N loads, the MAO-F sample exhibited a higher wear resistance than the MAO-A sample.

Key Words: Micro Arc Oxidation, Ti6Al4V, Ball-on-disc, Wear

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sayfa No</u>

Şekil 1.	Titanyumun kristalik yapıları ; (a) Hacim merkezli kübik(HMK), (b) sıkı paket hekzagonal(SPH) [8]	4
Şekil 2.	Ti6Al ile % V'un faz diyagramı [42]	7
Şekil 3.	Biyomalzeme olarak titanyum (a) Yapay kalça protezi (b) Diş implantı[44]	9
Şekil 4.	Mikro ark oksidasyon düzeneğinin şematik gösterimi [19]	12
Şekil 5.	Mikro ark oksidasyon işleminin adımları [18]	12
Şekil 6.	Elektroliz prosesi [21]	13
Şekil 7.	Metal yüzeyindeki dielektrik filminde meydana gelen akım-voltaj değişimi	
	[21]	15
Şekil 8.	MAO işleminde numune yüzeyinde meydana gelen mikro deşarjlar [19]	16
Şekil 9.	Kesit mikroyapı görünümü [46]	17
Şekil 10.	Pozitif ve negatif vuruş çevrimi [50].	19
Şekil 11.	TiO ₂ 'in (a) Anataz, (b) Rutil, (c) Brokit fazları [56]	24
Şekil 12.	İki cisimli abrazyon aşınması [66]	27
Şekil 13.	Üç cisimli abrazyon aşınması [66]	27
Şekil 14.	Mikro kaynak bağı ve kopma şekli [66]	28
Şekil 15.	Korozyon aşınması [68]	29
Şekil 16.	Yorulma aşınması [72]	30
Şekil 17.	Erozyon aşınması [68]	30
Şekil 18.	MAO işleminde kullanılan cihaz	38
Şekil 19.	Numunenin MAO işlemi esnasındaki görünümü	39
Şekil 20.	3D Yüzey profilometrisi cihazı	40
Şekil 21.	Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	40
Şekil 22.	X ışını difraktometre (XRD) cihazı	41
Şekil 23.	Ball-on-disc aşınma cihazı	42
Şekil 24.	Aşınma izinin genişliğinin ve derinliğinin şematik gösterimi	42
Şekil 25.	Kaplanan Ti6Al4V alaşımlarının görünümü; (a) MAO-F Numunesi, (b) MAO-A Numunesi	43
Şekil 26.	Kaplamasız Ti6Al4V numunesinin iki ve üç boyutlu yüzey görünümü	44
Şekil 27.	MAO-F numunesinin iki ve üç boyutlu yüzey görünümü	45

Şekil 28.	MAO-A numunesinin iki ve üç boyutlu yüzey görünümü	46
Şekil 29.	Numunelerin XRD spektrumu	47
Şekil 30.	Kaplama numunelerinin 250X büyütmedeki SEM görüntüleri; (a) MAO-F Numunesi, (b) MAO-A Numunesi	48
Şekil 31.	Kaplama numunelerinin 2.50 K X büyütmedeki SEM görüntüleri; (a)MAO-F Numunesi, (b)MAO-A Numunesi	49
Şekil 32.	Aşınma yüzeylerinde 3D yüzey profilimetrisi ile iz derinliği D ve genişliğinin W ölçüldüğü bölgeler	50
Şekil 33.	Aşınma izi derinlik profilleri; (a) D ₁ bölgesi, (b) D ₂ bölgesi, (c) D ₃ bölgesi, (d) D ₄ bölgesi	51
Şekil 34.	Numunelerin 1 N yük altındaki sürtünme katsayısı (µ) - kayma mesafesi (m) grafiği	52
Şekil 35.	Numunelerin 2,5 N yük altındaki sürtünme katsayısı (µ) - kayma mesafesi (m) grafiği	53
Şekil 36.	Numunelerin 5 N yük altındaki sürtünme katsayısı (μ) - kayma mesafesi	
	(m) grafiği	54
Şekil 37.	Numunelerin ortalama sürtünme katsayısı (µ) – yük (N) grafiği	54
Şekil 38.	Numunelerin ortalama aşınma derinliği (µm) – yük (N) grafiği	55
Şekil 39.	Numunelerin aşınma hacim kaybı (mm ³) – yük (N) grafiği	56
Şekil 40.	1 N yükte aşındırılmış kaplamasız Ti6Al4V 'un farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri	58
Şekil 41.	1 N yükte aşındırılmış MAO-F numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri	59
Şekil 42.	1 N yükte aşındırılmış MAO-A numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri	60
Şekil 43.	2,5 N yükte aşındırılmış kaplamasız Ti6Al4V 'un farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri	61
Şekil 44.	2,5 N yükte aşındırılmış MAO-F numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri	62
Şekil 45.	2,5 N yükte aşındırılmış MAO-A numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri	63
Şekil 46.	5 N yükte aşındırılmış kaplamasız Ti6Al4V 'un farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri	64
Şekil 47.	5 N yükte aşındırılmış MAO-F numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri	65
Şekil 48.	5 N yükte aşındırılmış MAO-A numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri	66

TABLOLAR DİZİNİ

<u>Sayfa No</u>

Tablo 1.	CP-Ti malzemelerinin genel özellikleri [11]	4
Tablo 2.	Titanyum metalinin fiziksel özellikleri [11]	5
Tablo 3.	Titanyum alaşımlarının genel özellikleri [8]	5
Tablo 4.	Bazı Ti alaşımlarının sahip olduğu mekanik özellikler [41]	6
Tablo 5.	Biyomalzemelerin mekanik özellikleri [8]	9
Tablo 6.	Bazı titanyum alaşımlarının endüstriyel uygulama alanları [14]	. 10
Tablo 7.	Anataz ve Rutil fazlarının özellikleri [56]	. 24
Tablo 8.	Ti6Al4V alaşımının kimyasal bileşimleri (% ağırlık)	. 37
Tablo 9.	MAO işlem parametreleri	. 38
Tablo 10.	MAO işleminde kullanılan elektrolit çözeltileri	. 38
Tablo 11.	Triboloji deney şartları	. 42
Tablo 12.	Numunelerin Ra değerleri	. 46
Tablo 13.	Numunelerin farklı yüklerdeki sürtünme katsayıları ve aşınma hacim kaybı miktarları	. 56

SEMBOLLER DİZİNİ

Semboller

U	Voltaj
J	Akım Yoğunluğu
f	Frekans
δ	Vuruş Oranı
t	Süre
V	Aşınma Hacmi
L	Aşınma İz Uuznluğu
W	Aşınma İz Genişliği
D	Aşınma İz Derinliği
Fs	Sürtünme Kuvveti
F _N	Temas Yüzeylerine Etki Eden Dik Kuvvet
T_{on}^+	Pozitif Voltaj Çalışma Süresi
Ton ⁻	Negatif Voltaj Çalışma Süresi
Ton	Çalışma Süresi
T_{off}	Bekleme Süresi
Al_2O_3	Alüminyum Oksit
КОН	Potasyum Hidroksit
NaAlO ₂	Sodyum Alüminat
Na ₂ HPO ₄	Sodyum Fosfat
Na ₂ SiO ₃	Sodyum Metasilikat
MAO-F	Fosfat katkılı çözeltide kaplanmış numune
MAO-A	Alüminat katkılı çözeltide kaplanmış numune
MAO	Mikro Ark Oksidasyon
PVD	Fiziksel Buhar Biriktirme
PEPVD	Plazma Destekli Fiziksel Buhar Biriktirme
CVD	Kimyasal Buhar Biriktirme
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	X-ışını Difraksiyonu

DC/DA Doğru Akım

AC/AA Alternatif Akım



1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Zamanla endüstriyel alandaki uygulamalarda, malzemelere dair beklentiler farklılık göstermekte ve malzemelere çeşitli özellikler kazandırabilme isteğinde bir artış görülmektedir. İyileştirilmesi arzulanan bu etkenler bazen malzemenin mekanik özelliği iken bazen de sadece dekoratif özellikleridir.

Yüksek mekanik ve biyouyumluluk özelliklerinden ötürü titanyum ve titanyum alaşımları havacılıkta, askeri alanda, dental ve medikal uygulamalarda büyük bir kullanım alanına sahiptir. Düşük yoğunluğu, yüksek korozyon direnci ve sıcaklığa karşı yüksek dayanıma sahip olması titanyum metalinin önemli özellikleridir [1].

Titanyum metali 2.Dünya Savaşı'ndan sonra endüstriyel alanda dünyada tanınmıştır. Endüstriyel olarak hızlı bir şekilde ilerleme gösteren titanyum askeri alanda 1946 yılında kullanılmaya başlanmasının ardından 1952 yılında uçak motorlarının yapımında kullanılmaya başlanmıştır. Bununla birlikte 1970'li yıllarda uzay endüstrisinde de kullanılmaya başlanmıştır. Uzay uygulamalarındaki payı 1995 yılında %65 seviyesine varmıştır. Titanyum katettiği bu ilerlemelerin ardından dental ve medikal uygulamalarında da kullanılmıştır [2,3].

Titanyum ve alaşımları üzerinde çeşitli yöntemlerle oluşturulan inert oksit tabakası titanyumun biyomedikal alanlarda kullanılıyor oluşunda büyük bir öneme sahiptir. Biyouyumluluk, titanyum ve alaşımlarının yüzeyinde oluşturulan tabakanın bileşimi, morfolojisi ve yapısı gibi özelliklerine bağlıdır [4].

Titanyum ve alaşımları yüzeyinde oksit tabakasının oluşturulması için çok farklı yöntemler mevcuttur. Uygulanmakta olan bu yöntemler iyon sıçratma, sol-gel, anodizasyon, plazma püskürtme, elektrolitik biriktirme, mikro ark oksidasyon ve kimyasal dağlama yöntemleridir [5,6].

Mikro ark oksidasyon yöntemi, bir elektrolit içersinde yüksek voltaj etkisi ile anot malzemenin yüzeyinde mikro ark oluşturulması esasına dayanır. Bu yöntemle pürüzlü, altlık katmana kuvvetli bir şekilde bağlanan, gözenekli bir oksit tabakası elde edilir [6]. MAO kaplama işlemi yaygın bir araştırma konusu haline gelmiştir. Yeni bir elektrokimyasal teknoloji olan bu yöntem Ti, Mg, Zr ve Al gibi valf metallerin yüzeylerinde oksit tabakası oluşturmak amacıyla kullanılmaktadır [7].

Bu çalışmada MAO yöntemi ile Ti6Al4V alaşımının yüzeyinde iki farklı çözeltide oluşturulan oksit kaplamalarının yapısal ve tribolojik özellikleri araştırılmıştır.

1.2. Titanyum ve Titanyum Alaşımları

1.2.1. Titanyumun Tarihçesi

İlk ismi "Menakirit" olan titanyum elementi İngiliz William Gregor'un Madagaskar Manakara bölgesindeki çalışmaları sonucunda 1791 yılında bulunmuştur. Alman kimyager Martin Heinrich Klaproth 1795 yılındaki çalışmaları neticesinde bu metalin yeni bir element olduğu kanısına varmış ve bu elementi "Titans" kelimesinden esinlenerek "Titanyum" olarak adlandırmıştır. Esinlenilen "Titans" kelimesi ise Yunan mitolojisinde toprağın ilk oğullarının adıdır [8].

Titanyum bulunmasının ardından bu metalin saf bir şekilde elde edilmesi için ileri bir teknoloji ihtiyacı meydana gelmiştir. %99,9 saflığa sahip titanyum ilk kez 1910'da Matthew Albert Hunter tarafından elde edilmiştir. Saf titanyumun elde edilmesi için TiCl4 ve sodyumun 700-800 °C'de ısıtılmıştır. Yüksek kaliteli titanyum 1932 yılında Wilhelm Justin Kroll tarafından TiCl4 ile kalsiyumun birleştirilmesi ile üretilmiştir. Kroll'un kendi ismini vermiş olduğu "Kroll Prosesi" hala daha titanyum üretiminde kullanılmaktadır [8].

Uçak kanatlarının motor bağlantıları ve motorlarındaki yanma odası uygulamalarında titanyum kullanılmıştır ve ilk olarak bu alanlarda kullanılmak üzere üretilmiştir. Zamanla titanyum alaşımları daha da gelişmiş ve jet motorlarının pervane kanatları ile uçak iskeletlerinde bu alaşımlar kullanılmaya başlanmıştır [2].

İlk olarak 1960 yılında kimyasal madde pompalarında kullanılan titanyum döküm malzemeleri 1970'li yıllarda da uzay uygulamalarında yer almıştır. Titanyum döküm malzemeleri bu yılların sonunda uzay uygulamalarında %60-70 paya sahipken ticari uygulamalarda bu pay %35 olmuştur. 1979 yılında dünya çapında üretilmiş olan titanyumun %72'si uçak sanayisinde kullanılmış olup, %28'i ise korozyona yönelik alanlarda kullanılmıştır [2].

Titanyumun kullanımı gün geçtikçe hızlı bir şekilde artış göstermektedir. Boeing uçak firmasının ürettiği uçaktaki titanyum kullanım oranı 1964-1994 yılları arasında 30 yılda %1'den %9'a yükselmiştir [9].

1.2.2. Titanyum Metalinin Genel Yapısal Özellikleri

Titanyum bulunduğu sıcaklığa bağlı olarak hacim merkezli kübik (HMK) ya da sıkı paket hekzagonal yapıya sahip olan allotropik bir metaldir ve kristal yapısı Şekil 1'de verilmiştir. Yüksek sıcaklıklarda HMK yapı sergilerken oda sıcaklığında ise SPH bir yapı göstermektedir. Titanyum ve alaşımları α fazı, β fazı ve α + β fazı olmak üzere üç farklı gruba ayrılır. α fazı sıkı paket hekzagonal bir yapıya sahiptir ancak yaklaşık olarak 885 °C gibi bir sıcaklıkta hacim merkezli kübik yapıya sahip olan β fazına dönüşmektedir. Saf titanyum için " β dönüşüm sıcaklığı" ile tabir edilen bu sıcaklık α fazının kararlı hale getirilmesinde kullanılan elementlere göre yükselmekte veya düşmektedir. Bu dönüşüm sıcaklığı oksijen ve azot gibi ara yer atomları ile yükselirken, yer alan alaşım elementleri ile düşmekte ya da yükselmektedir [8,9].

Titanyum alaşımları düşük yoğunluk ($\rho=4,5 \text{ gr/cm}^3$) ve aşınmama özelliklerine sahiptirler. Elastik modülleri E=110 GPa olup çeliğe göre daha yüksek bir deformasyon miktarı gösterirler. Yüksek sıcaklıklara karşı dayanıklıdırlar ve bu dayanım miktarları alaşımın içeriğinde değişimler yapılarak 600 °C'ye kadar da çıkarılabilmektedir. Düşük termal iletkenlikleri ($\lambda=4516 \text{ W/m.K}$) ve yüksek termal kapasiteleri (cp=520 J/kg.K) titanyum alaşımlarının diğer özelliklerindendir. Hidrojen, oksijen ve nitrojen gibi atmosferik gazların yanısıra düşük atomik elementler ile kolayca etkileşime geçebilme özelliğine sahiptirler. Bunların dışında PCD (Çok Kristalli Elmas), seramik, CNB (Kübik Bor Nitrür) ile de reaksiyona girebilmektedirler [10].



Şekil 1. Titanyumun kristalik yapıları ; (a) Hacim merkezli kübik(HMK),(b) sıkı paket hekzagonal(SPH) [8].

%98,5 - %99,5 oranında titanyum içeriğine sahip olan CP-Ti (ticari saflıktaki titanyum) bulunduğu sıcaklığa göre farklı fazlara sahip olmaktadır. Oda sıcaklığında α fazında (sıkı paket hekagonal yapı) bulunurken yüksek sıcaklıklarda (888 °C) β fazına (hacim merkezli kübik yapı) dönüşür. CP-Ti katkı elementi miktarına göre Grade 1 ve Grade 5 arasında beş farklı gruba ayrılmıştır [11].

Ticari saflıktaki titanyum genellikle korozyon direncinin çok daha önemli olduğu fakat yüksek mukavemete ihtiyaç duyulmayan uygulamalar için tercih edilmektedir. Demir ve oksijen elementleri CP-Ti içerisindeki katkı elementlerinin en fazla öneme sahip olanlarıdır. Demir ve oksijen elementlerinin içeriğinin artmasıyla CP-Ti'un akma ve çekme mukavemetlerinde paralel bir şekilde artış görülmektedir [11].

Tablo 1'de farklı kaliteleri olan ticari saflıktaki titanyum malzemelerinin sahip olduğu genel özellikleri gösterilmiştir. Tablo 2' de ise titanyum metalinin fiziksel özellikleri verilmiştir.

	Akma Muk.	Çekme Muk.	Dönüşüm Sıcaklıkları (°C)			Katkı	Elemen	tleri, %	Ağ.	
	(MPa)	(MPa)	α	β	N	C	Н	Fe	0	Pd
Grade 1	170	240	888	880	0,03	0,10	0,015	0,20	0,18	0
Grade 2	280	340	913	890	0,03	0,10	0,015	0,30	0,25	0
Grade 3	380	450	920	900	0,05	0,10	0,015	0,30	0,35	0
Grade 4	480	550	950	905	0,05	0,10	0,015	0,50	0,40	0
Grade 5	280	340	913	890	0,03	0,10	0,015	0,30	0,25	0,2

Tablo 1. CP-Ti malzemelerinin genel özellikleri [11].

Özellikleri	
Atom Numarası	22
Atom Ağırlığı	47,90 g/mol
Yoğunluğu	$4,54 \text{ g/cm}^3$
Erime Noktası	1941 K
Kaynama Noktası	3560 K
Elektrik Direnci (20 °C)	56 microhms-cm
Özısısı	502,440 J/(kg.K)
Termal İletkenlik	16,44 W/(m.K)

Tablo 2. Titanyum metalinin fiziksel özellikleri [11].

1.2.3. Titanyum Alaşımları

Üç farklı gruba ayrılan titanyum alaşımlarının (α , β , α + β alaşımları) sahip olduğu genel özellikler aşağıda Tablo 3' de verilmiştir. Ayrıca Tablo 4' de bazı titanyum alaşımlarının sahip olduğu mekanik özellikleri gösterilmiştir.

	And a second sec		
	α	$\alpha + \beta$	β
Yoğunluk	Düşük	Düşük	Yüksek
Mukavemet	Düşük	Yüksek	Çok Yüksek
Süneklik	Düşük/Yüksek	Yüksek	Düşük/Yüksek
Kırılma Tokluğu	Yüksek	Düşük/Yüksek	Düşük/Yüksek
Sürünme Dayanımı	Yüksek	Düşük/Yüksek	Düşük
Korozyon Dayanımı	Çok Yüksek	Yüksek	Düşük/Yüksek
Oksidasyon Davranışı	Çok Yüksek	Düşük/Yüksek	Düşük
Soğuk Şekillendirilebilirlik	Çok Düşük	Düşük	Düşük/Yüksek
Kaynaklanabilirlik	Yüksek	Düşük/Yüksek	Düşük

Tablo 3. Titanyum alaşımlarının genel özellikleri [8].

Gösterim	Çekme	Akma	Kopma	Kesit	Sertlik	Alaşım
	Muk.	Muk.(MPa)	Uzaması	Daralması	(Rockwell)	Tipi
	(MPa)		(%)	(%)		
TiCP-2	345	276	20	30	80 HRB	α
TiCP-4	552	483	15	25	100 HRB	α
Ti5AL2.5Sn	690	586	15	25	24 HRC	α
Ti6Al4V	931	862	15	30	36 HRC	$\alpha + \beta$
Ti6Al7Nb	862	793	10	25	32 HRC	α+β
Ti13Nb13Zr	860	725	8	15	30 HRC	β
Ti12Mo6Zr2Fe	1000	965	15	40	33 HRC	β

Tablo 4. Bazı Ti alaşımlarının sahip olduğu mekanik özellikler [41].

1.2.3.1. α Alaşımları

Sıkı paket hekzagonal yapıya sahip olup bu alaşımların tüm yapısı sadece α fazı içermektedir. α alaşımları çok düşük ya da çok yüksek sıcaklıklar olmak üzere farklı sıcaklıklar için tercih edilmektedir. Bu alaşımlar sahip oldukları tokluk ve süneklik özelliklerini çok düşük sıcaklıklarda dahi koruyabilmektedirler. α alaşımları β ve α + β alaşımlarından farklı olarak ısıl işlem uygulanması ile sertleştirilemezler. Çok düşük bir dövülebilme kabiliyetine sahip oldukları için dövme işlemi esnasında meydana gelen hasarları önleyebilmek amacıyla deformasyon oranı düşük tutulup sıklıkla tavlama işlemine tabi tutulmaktadır [12].

Yapısında β fazından az, α fazından ise çok miktarda bulunduran alaşımlar α 'ya yakın olan alaşımlardır ve yapılarında mevcut olan α fazı yüksek kararlılık özelliğine sahiptir. Bu tür alaşımlar yüksek dayanıma ihtiyaç duyulan uygulamalar için tercih edilebilir [12].

1.2.3.2. β Alaşımları

HMK bir yapıya sahip olan bu tür alaşımların içerisinde β fazını kararlı hale getiren alaşım elementleri mevcuttur. α ve $\alpha+\beta$ alaşımlarına kıyasla en önemli özellikleri soğuk şekillendirilebilme, sertleştirilebilme ve dövülebilme kabiliyetlerine sahip olmalarıdır. Bu alaşımlar $\alpha+\beta$ alaşımları ile aynı mukavemet değerleri gösterirler [12].

Bu alaşımlardaki β ana fazı kararsız bir fazdır ve β fazının içinde α fazının çökelmesi sonucunda sertleşirler. Yüksek bir kırılma dayanımı özelliği gösteren bu alaşımların çok

yüksek korozyon dayanımına ulaşmaları içerisinde molibden bulunması durumunda gerçekleşir. Örnek olarak Ti-15Mo-5Zr verilebilir [12].

1.2.3.3. *α* + β Alaşımları

Bu alaşımlarda α ve β fazlarının kararlılığı bileşimlerindeki alaşım elementleri ile artırılmaktadır. Alaşım elementlerinin uygun bir biçimde ayarlanması durumunda oda sıcaklığında alaşımın mikro yapısı α ve β fazlarından oluşmaktadır. $\alpha + \beta$ alaşımları tavlama işleminden sonra dahi çok iyi süneklik, dayanım ve homojenlik gösterirler. Bu tür alaşımların içerisinde en yüksek miktarda kullanılmakta olan Ti6Al4V alaşımlarıdır. Isıl işlem ile bu alaşımların mukavemetleri artırılabilmektedir [12].

1.2.4. Ti6Al4V Alaşımı



Şekil 2. Ti6Al ile % V'un faz diyagramı [42].

Son zamanlarda en yaygın şekilde kullanılmakta olan titanyum alaşımı Ti6Al4V'dur. Şekil 2' de faz diyagramı verilmiş olan Ti6Al4V alaşımı ağırlık olarak % 5,5 - 6,5 alüminyum, % 3,5 - 4,5 vanadyum ve arda kalan miktar Ti'dan oluşmaktadır. İçeriğindeki Al, α fazını kararlı hale getirip α fazından β fazına dönüşüm sıcaklığını yükseltir. V ise β fazını kararlı hale getirmektedir. Ti6Al4V alaşımı $\alpha+\beta$ fazlı mikro yapıda olup, üstün korozyon dayanımı sunan ve yüzeyinden iyon çıkışını önemli ölçüde azaltan, yoğun ve pasif bir oksit filmi ihtiva etmektedir. Dolayısıyla yüksek mekanik özellikleri ve üstün korozyon direncinden ötürü en fazla kullanılan Ti alaşımlarıdır. Ancak normal şartlar altındayken bile yüzeyinde mevcut olan bu pasif oksit film tabakası hareketli temasın olması halinde veya saldırgan ortamlarda çok hızlı bir şekilde aşınır ve iş göremez duruma gelir. Bu nedenle aşınma sorunu titanyum ve alaşımlarının yüzeyinde çok ağır hasarlara neden olur. Sahip olduğu bu yetersiz yüzey özelliği birçok değişik yüzey işlem yöntemleriyle iyileştirilmeye çalışılmaktadır [43].

1.2.5. Titanyum ve Alaşımlarının Uygulama Alanları

Yıllar geçtikçe titanyum ve alaşımlarının kullanım miktarı hızlı bir oranda artış göstermektedir. Yüksek miktarda kullanılmakta olan Ti6Al4V alaşımı, biyomedikal uygulamalarda, birçok kimya sanayisinde, uçak sanayisinde ve otomotiv sektöründe geniş kapsamda tercih edilmektedir [13].

1.2.5.1. Biyomalzeme Uygulamalarında Titanyum

İnsandaki organ veya dokuların görevlerini yerine getirmek ya da desteklemek için kullanılmakta olan malzemelere biyomalzemeler adı verilmektedir. Bu malzemeler kompozitler, metaller, seramikler ve polimerler olarak dört temel gruba ayrılırlar.

Kuvvetli metalik bağları ve kristal yapıları sebebiyle mükemmel mekanik özelliklere sahip olan metal ve alaşımları biyomalzemeler ile karşılaştırıldığında yük taşıma durumu olan alanlarda daha kullanışlıdır. Metalik malzemeler düşük korozyon direncine sahiptirler ve bu durum insan vücudunda kullanılmasını sınırlı hale getirmektedir. İnsan vücudunda mevcut olan akışkan, su, hidroksit, klorür ve çözünmüş oksijen gibi değişik iyonlar içermektedir. Bu nedenle, metal olan biyomalzemeler için insan vücudu nispeten yüksek bir korozif ortam teşkil etmektedir. Günümüzde titanyum ve titanyum alaşımları, paslanmaz çelikler ve krom-kobalt alaşımları metalik biyomalzemeler olarak kullanılmaktadır. Şu anda kullanılmakta olan metalik malzemelerin aşınması veya korozyonu sebebiyle oluşan zehirli iyon veya parçacıklar, doku içerisine nüfuz ederek hücreleri zarara uğratabilirler ve doku kaybına yol açabilirler. Yapısal uyumlulukları açısından incelendiğinde metalik biyomalzemelerin elastik modülleri doğal kemik dokusu ile gerçek bir uyuma sahip olmadığı görülmektedir. Metalik malzemelerdeki uyumsuzluk (stress shielding effects) etkisi sebebiyle yeni kemik dokusunun teşekkül hızını azaltmaktadır ve implantın kararlılığında düşüşe neden olmaktadır. Ayrıca plaka, vida ve çivi gibi vücudumuzda kullanılmakta olan metalik malzemelerin kendiliğinden yok olmamaları ve dokuların iyileşmesinin ardından bu metallerin vücuttan çıkarılmaları için yapılan ikinci bir ameliyat sağlık giderlerinin yükselmesine sebep olmaktadır. Bugüne kadar implant olarak titanyum ve titanyum alaşımları, Co-Cr esaslı alaşımlar, tantalyum, paslanmaz çelik, niyobyum gibi metaller kullanılmıştır [8].

Biyomalzemelerde aşağıdaki nitelikler bulunmalıdır.

- Elverişli mekanik özellikler
- Korozyon direnci
- Biyolojik tutunma
- Biyouyumluluk
- İşlenebilirlik
- Düşük fiyat

Şekil 3' de titanyumun biyomalzeme olarak kullanığı tercih edildiği alanlara dair örnekler bulunmaktadır. Tablo 5'de ise çeşitli biyomalzemelerin mekanik özellikleri verilmiştir



Şekil 3. Biyomalzeme olarak titanyum (a) Yapay kalça protezi (b) Diş implantı [44].

Tablo 5. Biyomalzemelerin mekanik özellikleri [8	8	1	•
--	---	---	---

	Elastisite modülü(GPa)	Akma dayanımı(MPa)	Kırılma tokluğu(MPa)
316L Çelik	210	450	250
CoCr	200	500	300
Ti6Al4V	105	900	550
CP-Ti	100	300	200
CP-Ta	200	300	200
CP-Nb	120	250	150

1.2.5.2. Endüstriyel Uygulamalarda Titanyum

Titanyum ve alaşımlarının kullanım miktarı devamlı olarak artış göstermektedir. Bazı titanyum alaşımlarının endüstriyel uygulama alanları Tablo 6' da verilmiştir.

Alaşım	Karakteristik	Önemli Uygulama Alanları
Alaşımsız Ti	Şekillendirilebilirliği ve	Isı değiştirgeçleri, kimyasal işleme
(a alaşımı)	kaynaklanabilirliği oldukça yüksek	endüstrisi
Ti-5Al-2.5 Sn	İyi kaynaklanabilirlik ve karalılık,	Jet motor ve türbin motor
(a alaşımı)	480 °C sıcaklığa kadar kararlı	uygulamalarında
	mukavemet	
Ti-6Al-2Sn-4Cr-2Mo	Mükemmel sürünme dayanımı,	Gaz türbin motorlarında dövme ve
(a'ya yakın)	yüksek tokluk ve mukavemet	haddeleme ürünlerinde, uçak dış
		kaplama parçalarında
Ti-5.8Al-4Sn-3.5Zr-	Kaynaklanabilirlik, yüksek	Maksimum 590 °C sıcaklıklardaki
0.7Nb-0.5Mo-0.3 Si	sıcaklıkta geliştirilmiş yorulma	endüstriyel uygulamalarda
(a'ya yakın)	dayanımları	
Ti-6Al-4V (α/β)	Mükemmel yorulma dayanımı,	Ortopedik implant, gaz türbin
	biyouyumluluk, 300 °C sıcaklığa	diskleri, kimyasal işlem üniteleri
	kadar 1511 karalılık	
Ti-6Al-7Nb (α/β)	Mükemmel biyouyumluluk,	İmplant uygulamalarında
	yüksek mukavemet	
Ti-5Al-2.5Fe (α/β)	Yüksek mukavemet,	İmplant uygulamalarında
	biyouyumluluk	
Ti-6Al-2.5Sn-4Zr-	Yüksek sıcaklıkta uzun süreli yük	Kompresör fan kanatçıkları ve gaz
6Μο (α/β)	taşıyıcı	türbin motor uygulamalarında
Ti-35Nb-5Ta-7Zr	Düşük elastisite modülü,	İmplant uygulamalarında
(Meta stabil β)	biyouyumluluk	
Ti-13Nb-13Zr (α/β)	Düşük elastisite modülü,	İmplant uygulamalarında
	biyyouyumluluk	
Ti-13V-11Cr-3Al (β)	İyi kaynaklanabilirlik, yüksek	Yüksek mukavemetli uçak
	mukavemet	konstrüksiyonda, misilleme
		uygulamalarında

Tablo 6. Bazı titanyum alaşımlarının endüstriyel uygulama alanları [14].

1.3. Mikro Ark Oksidasyon

1.3.1. Mikro Ark Oksidasyon Yönteminin Tarihçesi

Mikro ark oksidasyon (MAO) hala daha gelişmekte olan, malzeme yüzeyine kuvvetli bir şekilde yapışmış, kısmen kaba ve gözenekli yapıya sahip oksit tabakası oluşturma tekniğidir. MAO işlemi elektrolitik tuz çözeltisi banyosunda yüksek voltaj ve akım ile elektrokimyasal reaksiyonlarla kaplanmak istenen malzeme yüzeyinde arklar oluşturma esasına dayanır [15].

MAO işlemi ilk Sovyetler Birliği'nde yaklaşık olarak kırk sene evvelinde çalışılmaya başlanmıştır. Başlarda akademik olarak gerçekleştirilen bu çalışmalar ilerleyen yıllarda denizaltı parçalarının imali sınırları içerisinde askeri uygulamalar için de kullanılmaya başlanmıştır. Bu işlem ile Amerika'nın tanışması 1970'lerde olmuştur. MAO yöntemi üzerine bilimsel verilerin bütün dünyaya yayılışı 1980 yıllarının sonunda başlamıştır. Literatürlerde MAO için farklı terimler mevcuttur. Bunlar; mikro ark anodizasyon, mikro plazma oksidasyonu, kıvılcım anodizasyonu, elektroplazma oksidasyon, plazma elektrolitik oksidasyon, anodik kıvılcım biriktirme, mikro plazma anodizasyonudur [16, 17].

1.3.2. Mikro Ark Oksidasyon Prosesi ve Düzeneği

Mikro ark oksidasyon düzeneği anot, katot, güç kaynağı, elektrolitik çözelti ve soğutma sisteminden oluşmaktadır. Bu düzenek şematik olarak Şekil 4'de gösterilmiştir. MAO işleminde, hava ortamında üzerinde stabil bir oksit kaplaması oluşturulan numune anot olarak kullanılmaktadır. Genel olarak paslanmaz çelikten üretilmekte olan elektrolit havuzu ise devreyi bütünleştirmek amacıyla katot işlevi görmektedir. Kaplama işleminin gerçekleştirildiği elektrolitte homojenliği elde edebilmek için karıştırıcı kullanılabilmektedir. MAO işleminde çoğunlukla bazik karaktere sahip elektrolitler kullanılmaktadır. MAO işlemi esnasında numunenin yüzeyinde meydana gelen plazma oluşumu sebebiyle elektrolit sıcaklığı yükselmektedir. Bu yüzden elektrolit sıcaklığını belirli bir sınırda tutabilmek için soğutma sisteminden faydalanılmaktadır. Elektrolit sıcaklığı işlem süresince 10-60 °C aralığında kontrol altında tutulmaktadır.



Şekil 4. Mikro ark oksidasyon düzeneğinin şematik gösterimi [19].

Mikro ark oksidasyonun fiziksel ve kimyasal esasları incelenmiş ve dört farklı adımda meydana geldiği görülmüştür. Bu farklı adımlar; i) anodlama, ii) anodlama ve anodik çözünme, iii) anodlama, anodik çözünme ve oksijen çıkışı, iv) mikro ark oluşumu olarak Şekil 5'de verilmiştir.



Şekil 5. Mikro ark oksidasyon işleminin adımları [18].

Mikro ark oksidasyon işleminin oluşum mekanizması iki kısımdan meydana gelmektedir. İlk kısım sıvı ortamda anot iş parçası ve katot olarak seçilen elektrot arasında birbirinden farklı elektrot potansiyelleri uygulanması neticesinde meydana gelen elektroliz olayı, ikinci kısım ise anot iş parçası yüzeyi etrafında meydana gelen elektriksel deşarjlardır [19].

Uygulanan voltaj değeri belirli kritik değeri geçmesi durumunda ark oluşumu başlamaktadır. Anot iş parçası yüzeyi civarında mikron boyutundaki arkların oluştuğu voltaj, " dielectric breakdown" olarak adlandırılan bozunum voltajıdır. Bu kritik voltaj değerinde malzeme üzerinde metal ve hidroksil iyonlarının karşıt yönlerde hareketlerinin sonucunda oksit oluşumu görülmeye başlamaktadır. Malzemenin üzerinde arkın meydana gelmesi için kritik potansiyel elektrolit konsantrasyonu, sıcaklık ve yüzey gerilimlerinden etkilenmemekte ancak elektrot malzemesine, elekrolit bileşimine ve elektrotun kutupsallığına bağlıdır [20].

Şekil 6'da görüldüğü gibi oksijen gazının serbest hale geçişi anodik iş parçası yüzeyinde metal oksidasyonunun oluşmasına yol açar. Ayrıca elektrolitin sahip olduğu kimyasal aktiviteye göre oksidasyon sürecinin yüzeyde oksit film tabakası ya da çözülmelerin oluşmasına sebep olduğu ve gaz durumundaki hidrojenin serbest hale geçmesiyle ve/veya katyon redüksiyonunun katot yüzeyinde meydana geldiği görülmektedir [19, 21].



Şekil 6. Elektroliz prosesi [21].

Şekil 7'de MAO işleminde meydana gelmekte olan iki farklı akım-voltaj değişimi diyagramı gösterilmektedir. A tipi bir akım-voltaj eğrisi durumu, anodik ya da katodik yüzeyde gaz oluşumu ile ortaya çıkan metal-elektrolit sistemini temsil etmekteyken B tipi bir akım-voltaj eğrisi oksit filmin meydana geldiği bir sistemi temsil etmektedir.

 $0-U_1$ arasında Ohm yasasına uygun bir davranış sergilenmektedir. Voltajda ortaya çıkabilecek en küçük bir yükseliş kritik voltaj değerini aşmadığı müddetçe önemli bir değişikliğe neden olmayacaktır. A tipi sistemde, $U_1 - U_2$ aralığında potansiyelde meydana gelen artış parlama ile birlikte akım salınımına yol açmaktadır. Elektrotun yüzeyinde meydana gelen gaz reaksiyonları sonucunda oluşan O₂ ve H₂ ürünlerinin göstermiş olduğu

kısmi koruma etkisi ile akım artışı sınırlandırılmaktadır. Elektrolit ve elektrotun birbirleri ile temasları neticesinde ortaya çıkan bölgelerde ise akım yoğunluğu yükselmeyi sürdürür. Bunun sonucunda da elektrolitte lokal sıcaklık artışı meydana gelir. Akımın U₂'ye yükselmesi halinde düşük elektrik iletkenliğine sahip olan bir gaz buhar plazması elektrotun etrafını çevrelemektedir. Neredeyse tüm voltaj bu elektrot üstü bölgeye denk gelir ve bu bölgede E; $10^6 - 10^8$ aralığında bir elektrik alan kuvveti oluşur. Böylelikle elektrotun etrafını çevrelen gaz örtüsünde iyonizasyon işlemi oluşmaya başlar. İyonizasyon, dağınık haldeki gaz kabarcıklarında küçük kıvılcımlar halinde meydana gelir ve ardından buhar plazma örtüsünün her bölgesinde parlak ve homojen bir şekilde dağılır. U₂ – U₃ aralığında hidrodinamik stabilisazyon akımda azalmaya neden olur ve U₃ oktasından itibaren parıltılı deşarjların yerini yoğun kıvılcımlar alır [21].

B tipi akım-voltaj eğrisinde öncelikle U₄ noktasında elektrot yüzeyinde önceden mevcut olan pasif film tabakası çözünmeye başlar. U₄–U₅ aralığında ise gözenekli yapıya sahip olan oksit film tabakası oluşmaya başlar.U₅ noktasına gelindiğinde oksit filmin elektrik alan kuvveti gözenekli film tabakasının bozulmasına yol açan kritik bir değere yükselmiş olur. Tam bu esnada parıltılı küçük kıvılcımlar ortaya çıkar. U₆ noktasında ise ısıl iyonizasyonun da etkisiyle küçük kıvılcımlar büyür ve mikro arklar meydana gelmeye başlar. U₆–U₇ aralığında kalınlığı artmakta olan oksit film içinde ortaya çıkan negatif şarjlar, ısıl iyonizasyonu kısmen durdurur. Böylelikle deşarjlarda gecikme ortaya çıkar ve bu da mikro arkların sürekliliğine etki eder. Bu mikro arklar film tabakasını eritmeye devam eder ve elekrolitte bulunan elementlerle birlikte alaşımlanmış olur. U₇ noktası aşıldığında oksit filmden metal yüzeyine geçen mikro ark deşarjları oluşur ve bunlar çok kuvvetli kıvılcımlar haline gelirler [21].



Şekil 7. Metal yüzeyindeki dielektrik filminde meydana gelen akım-voltaj değişimi [21].

Ti altlık malzemesi için belirtilmiş olan gözeneklerin içerisinde aşağıda verilen reaksiyonlar neticesinde altlık malzemede ergimenin meydana gelişi, püskürtülmesi veya çözünmesi ile nanokristal yapıya sahip bir tabaka ortaya çıkar ve numunenin içerisine doğru ilerler [45].

 $Ti^+ + O_2 \rightarrow TiO_2$

 $Ti^{+4} + xOH^{-} \rightarrow [Ti(OH)x]^{n-}$

 $[Ti(OH)x]^n \longrightarrow Ti(OH)_4 + (x-4)OH^-$

 $Ti (OH)_4 \rightarrow TiO_2 + 2H_2O$

MAO için elverişli olan elektroliti seçtikten sonra akım yoğunluğu sınırlı bir değere ayarlanıp oksit film metal yüzeyinde oluşmaya başladığında voltaj değeri prosesin başında hızlı, sonra yavaş bir şekilde artar ve daha sonra voltaj artışında durma meydana gelir. Metalin yüzeyindeki kıvılcım deşarjına bağlı olarak kritik voltaj oranında değişim meydana gelir. Bu oran metal ve elektrolit arasındaki eşleşmeye bağlıdır. Şekil 8a'da prosesin ilk

adımı verilmiş olup metal elektrodun etrafını kuşatan beyaz ve homojen ışık oluşur. Şekil 8b'de MAO işlemi sürdükçe bu beyaz ışığın metalin yüzeyinde hızlı bir şekilde hareket eden modüler sarı renkte kıvılcımlar haline geldiği görülmektedir. Şekil 8c'de gösterildiği gibi sarı renkteki kıvılcımlar azalarak daha koyu kırmızıya benzer bir renge dönüşmektedir. Bu arklar işlem süresi arttıkça yüzeyde yavaş bir şekilde hareket ederek sayı ve yoğunlukları azalmaktadır.



Şekil 8. MAO işleminde numune yüzeyinde meydana gelen mikro deşarjlar [19].

a) İşlem başlangıcından 5 dk sonra, b) İşlem başlangıcından 15 dk sonra, c) İşlem başlangıcından 25 dk sonra.

MAO işlemi ile yüzeyde oluşturulan oksit kaplamalar üç tabakadan meydana gelmektedir.

Bunlar;

1-Gevşek dış tabaka

2-Fonksiyonel ana tabaka

3-İnce geçiş tabaka'dır.

Gevşek bölge şeklinde tanımlanmakta olan dış tabaka; düşük sıcaklıklar altında meydana gelen reaksiyonların ürünlerinden oluşmaktadır ve son deşarjların bu tabakada meydana gelmesi nedeniyle olabildiğince poroz bir yapıdadır. Bu tabaka oldukça gevrektir ve iç tabakalardan daha düşük bir sertlik değerine sahiptir. Dış tabaka zımparalama ve ayrıca parlatma işlemleri ile numune yüzeyinden kolayca ayrılabilmektedir. Fonksiyonel ana tabaka poroz bölgenin altında bulunmaktadır ve kaplama kalınlığının önemli bir kısmı bu tabakadan oluşmaktadır. Çok yüksek sertliğe sahip olan ana tabaka kaplamanın fonksiyonel karakteristiğine etki etmektedir. Bu tabakanın hemen altında da oksit kaplamanın oluşmaya başladığı ve ince geçiş tabakası şeklinde ifade edilen amorf bir bölge bulunmaktadır [19, 21]. MAO ile yüzeyde oluşturulan kaplama tabakalarının kesit görüntüsü Şekil 9' da gösterilmiştir.



Şekil 9. Kesit mikroyapı görünümü [46].

1.3.3. Mikro Ark Oksidasyon İşlemini Etkileyen Parametreler

MAO üzerinde çok sayıda değişik parametrenin etkisi bulunmaktadır. Bu işlem ile elde edilecek olan kaplamanın özellikleri, altlık malzeme, frekans, duty cycle (vuruş oranı/görev döngüsü), işlem süresi, elektrolit sıcaklığı, elektrolit içeriği, uygulanan akım ve voltaj gibi parametrelere bağlı olup kaplamanın kalınlığı, gözenekliliği, korozyon dayanımı ve mekanik özellikleri etkilenmektedir [47].

1.3.3.1. Elektriksel Parametreler

MAO işlemi ile oluşturulan oksit kaplamasının özellikleri ve morfolojisi voltaj (U) ve akım yoğunluğu (J) parametrelerinden önemli ölçüde etkilenmektedir. Genel olarak, sürekli güç kaynağı ile elde edilen kaplamaların özellikleri ve kesintili güç kaynağı kullanılarak elde edilen kaplamanın özellikleri karşılaştırıldığında kesintili güç kaynağı ile hazırlanan kaplamalar sürekli güç kaynağı ile oluşturulan kaplamadan daha yüksek adezyon sağladığı bilinmektedir. Bunun nedeni duty cycle (δ) ve frekans (f) kıvılcımlanma karakteristiğini etkilemesidir[48]. Oluşturulan kaplamanın kalınlığı genellikle işlem süresi (t) ile tayin edilir [48].

1.3.3.1.1. Voltaj

Kıvılcım deşarjı voltajı, kullanılan altlık metalin valf değerini geçmesi durumunda, sadece metalin yüzey kısmında ortaya çıkar. Bu sebeple, elde edilecek olan kaplama kalınlığı voltajdan etkilenmektedir. Kıvılcım deşarj voltajı değerini birçok etken belirlemektedir. Bunlar öncelikle farklı atlık metaller, kullanılan elektrolitin bileşen ve konsantrasyonu olup ayrıca akım yoğunluğu, artan voltaj modu ve katot şekli de küçük bir etkiye sahiptir. Oksit kaplamasının kalınlığı voltaj ile paralel bir şekilde artmaktadır. Ayrıca voltajın artmasıyla birlikte oluşan mikro gözeneklerin boyutu ve gözeneklilik miktarı artmaktadır. Dolayısıyla kaplamanın morfolojisinde değişiklikler meydana gelmektedir [48].

1.3.3.1.2. Akım Yoğunluğu

MAO ile hazırlanan kaplamanın mikroyapısını, kompozisyonunu, büyüme hızını ve kalınlığını etkileyen bir diğer elektriksel parametre akım yoğunluğudur. Akımın sabit olması halinde kaplamanın kalınlığı ve işlem süresi arasında doğrusal bir ilişki mevcuttur. Kaplamanın büyüme hızı ise akım yoğunluğunun artışıyla birlikte artar [48].

1.3.3.1.3. Frekans ve Vuruş Oranı

Frekans, saniyedeki vuruş sayısı şeklinde tabir edilmektedir. Frekans ile ilgili daha önce yapılan çalışmalarda frekansın kaplamanın morfolojisi üzerinde büyük etkiye sahip olduğu görülmüştür [49]. Frekansın artışı ile kaplamanın büyüme hızı ve gözenek miktarı arasında ters orantı durumu mevcuttur [48].

Pozitif ve negatif vuruş oranı şeklinde incelenen ve elektrolitik çözeltinin sıcaklığını önemli ölçüde etkileyen vuruş oranı (duty cycle) kaplamanın özelliklerini etkileyen başka bir parametredir. Pozitif vuruş oranı değerinin yüksek olması durumu elektrolit sıcaklığının ve gözenek miktarının artmasına yol açar. Bunun sonucu olarak da oksidasyon işlem süresi uzamaktadır. Düşük pozitif vuruş oranı ise çok daha yoğun kaplamaların elde edilmesini sağlar [49]. MAO işleminde çalışma süresi devam ettikçe oksit tabakası büyür. İşlemin bekleme süresinde ise çalışma süresinde meydana gelen ergiyikler donar. Bu sebeple düşük vuruş oranı durumunda kısa kıvılcamlar meydana gelmekte ve daha küçük porlar oluşmaktadır [106]. Şekil 10' da frekans ve vuruş oranı değerlerinin hesaplanması için kullanılan çevrim gösterilmiştir. Vuruş oranı, Denklem 1'de gösterildiği şekilde pozitif ve negatif vuruş sürelerinin toplam çevrim süresine oranıdır [50]. Frekans hesaplaması için ise Denklem 2 ve Denklem 3'deki formüller kullanılmaktadır [50].



Şekil 10. Pozitif ve negatif vuruş çevrimi [50].

$$Dt = \frac{Ton}{T_{on} + T_{off}}$$
(1)

$$T = T_{on}^{+} + T_{off}^{+} + T_{on}^{-} + T_{off}^{-}$$

$$\tag{2}$$

$$f = 1/T \tag{3}$$

1.3.3.2. İşlem Süresi

Başka bir parametre olan işlem süresi ile üretilen oksit film kaplamalarının kalınlıklarında farklılıklar meydana gelmektedir. İşlem süresiyle paralel olarak kaplamaların kalınlıkları artmaktadır. Bu durumun nedeni ise işlem süresiyle birlikte akım yoğunluğunun da doğru orantılı şekilde artışıdır. Ayrıca işlem süresi arttıkça oksit film tabakasındaki yoğun fazın yüzdesi artmaktadır. İşlem süresindeki artış ayrıca kaplama yüzeyinin pürüzlüğünde deşarj (boşalma) kanallarının çapının artmasıyla lineer artış sağlamaktadır [51].

1.3.3.3. Altlık Malzeme

Kaplama kalitesi üzerinde önemli etkiye sahip diğer parametre çalışılan altlık malzemedir. MAO işlemi esnasındaki uygulanan akım yoğunluğuna bağlı bir şekilde, plazma deşarj limitinin geçilmesiyle, ortaya çıkan deşarj kanalları yardımıyla altlık malzeme ve elektrolitik çözelti arasında meydana gelen kimyasal reaksiyonlar nedeniyle oksit filmin faz yapısında farklılıklar oluşabilmektedir. Çünkü kimyasal reaksiyonlar neticesinde oluşan hekzagonal bağ yapısı değişebilmektedir. Ek olarak oluşturulan kaplamanın XRD pikleri analizinde yapıda empüriteler tespit edilebilir. Bu empüriteler işleme tabi tutulmuş olan altlık malzemeden kaplama yapısına geçmektedir [20].

1.3.3.4. Elektrolitik Çözelti Parametresi

Uygun elektrolitin seçilmesi neticesinde farklı komposizyon, mikro yapı ve özelliklerde oksit kaplamaları elde edilmektedir. Elektrolit çözeltileri sahip oldukları pH değerlerine göre alkalin, asidik ve nötr elektrolitler şeklinde 3 farklı gruba ayrılmaktadır. Asidik elektrolitler sülfirik asit ihtiva ederken nötr elektrolitler alüminosilikat, silikat, karbonat ve fosfat içermektedir. MAO yönteminde kullanılan elektrolitler alkalin gupta bulunmaktadır. Alkalin grubu elektrolitler sodyum hidroksit ve potasyum hidroksit içermektedir [48].

Tercih edilen elektrolitin mikro ark oksidasyon işlemi üzerindeki en önemli etkisi kıvılcım deşarjlarının meydana gelmesine sebep olan dielektrik bozunma için zorunlu ön şart olan ince yalıtkan filmi oluşturmak amacıyla altlık metalin pasifleşmesini teşvik etmesidir [52].

MAO işleminde seçilen elektrolit kaplamanın morfolojisi ve komposizyonu üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Ayrıca kullanılan elektrolitler kıvılcım boşalma voltajını da etkilemektedir. Hazırlanan çözeltinin iletkenliğinin yüksek olması durumunda kıvılcım boşalma voltajı düşer, kaplamanın kalınlığı doğrusal bir şekilde artar. Bu olayların yanı sıra oluşan mikro gözeneklerin boyutunda artış olurken sayılarında gözle görülür şekilde azalma meydana gelir [48].

MAO işlemi boyunca kaplama ile elektrolitik çözelti arasındaki etkileşim neticesinde meydana gelen ve kaplama oluşumuna katkı sağlayan reaksiyonlar termokimyasal reaksiyonlardır. Bu sebeple kullanılan elektrolit sıcaklığının işlem süresince belirli bir sıcaklıkta tutulması gerekmektedir. Aksi takdirde sıcaklıkta oluşabilecek herhangi bir değişim, mevcut reaksiyonlarla oluşan yapılarda bir takım farklılıklara sebep olacaktır. İşlem esnasında kaplamanın yapısında devamlı olarak varlığı tespit edilen deşarj kanalları içerisindeki yüksek sıcaklık, elektrolitte oluşan sıcaklık değişimi ile etkilenebilmektedir. Çözeltinin mevcut sıcaklığında meydana gelebilecek büyük farklılıklar, oksit yapısında oluşan fazların kinetiğine etki ederek büyütülen kaplamanın yapı ve özelliklerinde negatif yönde bir etkiye sahip olabilmektedir [53].

1.3.4. Mikro Ark Oksidasyonun Avantaj ve Dezavantajları

MAO işlemi, bilinen diğer yüzey kaplama yöntemlerine göre hayli avantaja sahiptir. Titanyum ve alaşımlarının anodik oksidasyon yöntemi ile yapılan kaplamalarının kalınlığı düşüktür. Ancak MAO yöntemi kullanılarak yapılan kaplamaların kalınlığı yüksek olup bu durum korozyon ve aşınma dirençlerinde artış sağlamaktadır [22].

Bazı malzemelerin geleneksel kaplama yöntemleri ile kaplanamaması durumunda mikro ark oksidasyon tercih edilebilmektedir. Karmaşık şekillere sahip olan metallerde bu yöntemi kullanarak kaplamalar yapılabilmektedir. CVD, IVD, PEPVD, PVD, Termal Sprey, Püskürtme gibi kaplama yöntemleri ile silindirik ya da küresel şekle sahip olan malzemelerin kaplanması zordur [22].

MAO ile yapılan kaplama işlemlerinde bazik çözeltiler kullanılmaktadır. Dolayısıyla bu çözeltilerin çevreye bir zararı bulunmayıp korozif özelliğe sahip değildirler. Ayrıca çözeltilerin hazırlanması kolaydır ve maliyetleri düşüktür [23].

Diğer kaplama yöntemlerine göre MAO'da kaplama işlemine başlamadan önce numuneyi hazırlamanın önemi daha azdır. Böylece üretim prosesi daha hızlı ilerler ve kaplamadan önce numuneyi hazırlamak için kullanılacak olan çözeltilerin çevreye vereceği zarar en alt seviyeye indirilmiş olur. MAO titanyum, alüminyum, zirkonyum, magnezyum, niyobyum gibi değişik malzemelere uygulanabilmektedir. Ayrıca yüksek bakır konsanstrasyonuna sahip olan alüminyum alaşımlarının ve içeriğinde yüksek miktarda silisyum bulunan döküm malzemelerinin geleneksel anodik oksidasyonla kaplanmaları güç olup MAO yöntemi ile kaplanabilmektedirler. Başka geleneksel anodik oksidasyonlardaki yanma olayı bu yöntemde ortaya çıkmamaktadır. Buna ek olarak başka geleneksel anodik oksidasyon yöntemlerine kıyasla MAO ile yapılan oksidasyon işleminden sonra kırılma dayanımında bir azalma meydana gelmez. Geleneksel anodik oksidasyon işlemlerine göre sahip olduğu bu avantajlar mikro ark oksidasyon yöntemini daha tercih edilir kılmaktadır.

MAO'da da başka yöntemlerle benzer şekilde bir takım kısıtlamalar ve olumsuzluklar bulunmaktadır. Mikro ark oksidasyon işlemi belirlenen parametrelere göre 1000 V'ye kadar (ve yaklaşık kapasite 1 MW) enerji sunabilecek güç kaynağına gereksinim duymaktadır. Yüksek miktardaki bu enerji kaplanacak olan iş parçasının türü ve boyutuna göre tehlike arz eden bir üretim sürecini meydana getirmektedir. MAO' da üretim için yüksek miktarda enerjiye ihtiyaç duyulması geleneksel anodik oksidasyon yöntemlerine göre daha maliyetli olmasına sebebiyet vermektedir. Ayrıca işlem sürecinde malzeme yüzeyinde meydana gelen yüksek sıcaklık kullanılmakta olan çözeltinin ısınmasına neden olur ve bu çözeltinin sıcaklığını belirli bir seviyede tutmak için yüksek kapasiteye sahip bir soğutucu gerekecektir.

MAO yöntemi ile elde edilen seramik kaplamalar pürüzlü ve fazla kırılgandır. Bu durum kaplamanın en dış katmanının aşınma direncinin olabildiğince düşük olmasına neden olur. Seramik kaplamanın alt katmanları tam tersi bir durum sergiler. Bu katmanların aşınma dirençleri yüksek olup oldukça serttirler. Ancak kaplamanın üst katmanının ortadan kaldırılması hem maliyet yönünden hem de üretim yönünden verimsizdir.

MAO hala daha gelişmekte olan bir teknolojidir. Bu sebeple malzemenin yüzeyinde oluşan seramik film tabakasının ne şekilde oluştuğu ve geliştiği, oluşan bu seramik filmin sahip olduğu özelliklerinin eksiksiz olarak ortaya konulabilmesi için çok fazla çalışmanın yapılmasına ihtiyaç vardır. Ancak şimdiye kadar bu alanda yapılan çalışmalar bazalındığında MAO yönteminin avantajlarının yanında dezavantajlarının da mevcut olduğu görülmüştür.

1.3.5. Mikro Ark Oksidasyonun Uygulama Alanları

MAO yöntemi özellikle uzay ve otomotiv endüstrisinde uygulanmakta olup bunların dışında motor sanayi, tekstil sanayi, hidrolik sanayi ve genel makine üretim sanayisindeki çok fazla uygulamada tercih edilmektedir.

Bu yöntemin uygulandığı numunelerin üzerinde pürüzlü ve gözenekli yapıya sahip bir oksit tabakası meydana gelmektedir. Gözenekli ve pürüzlü bir yüzey özelliği olan implantlar, biyomedikal uygulamalarda kemik ve implant ara yüzeyinde çok daha iyi bir bağlantı oluşturduğu için tercih edilmektedirler. MAO işlemi için belirlenen farklı parametrelere göre birbirinden değişik yüzey özellikleri olan oksit tabakaları oluşturulmaktadır [24].

MAO yönteminin kullanıldığı başka uygulamalar için kimyasal, termal, elektrikelektronik, mekanik ve dördünün birleşimine ihtiyaç duyulan ortamlar sayılabilir. Aşağıda ise bu yöntemle oluşturulan oksit kaplamalarının, bu tür uygulamalarda kullanımını olanaklı hale getiren özellikleri verilmiştir [20].

- Kimyasal uygulamalar: Kuvvetli asit ve bazlara, orta derecedeki sıcaklıklara karşı dirençlidir. Bu sayede gıda ve kimya endüstrisi uygulamalarında kullanılabilir.
- Termal uygulamalar: Oluşturulan oksit tabakası diğer metaller ile kıyaslandığında daha düşük bir ısıl iletkenliğe sahiptir. Dolayısıyla sıcaklığı eşit bir şekilde dağıtabilmek ve termal şok direncini yükseltebilmek için iyi bir seçenektir.
- Mekanik Uygulamalar: MAO yöntemi ile elde edilen oksit tabakaları 1300 kg/mm² ' den yüksek bir sertliğe sahiptir. Göstermiş oldukları yüksek sertlik sayesinde kayma dirençleri, erozyon ve abrazyon aşınma dirençleri artmaktadır. Ayrıca düşük sürtünme katsayıları bu kaplamaların sınır yağlama koşulları altında kullanılmalarını mümkün hale getirmektedir.
- Elektrik-Elektronik Uygulamalar: Oksit tabakaları elektrik ve elektronik parçaların yüzeyinde yalıtkan film olarak kullanılırlar. MAO yöntemi ile oyuk, konik ve silindirik bölgelerin iç yüzey kısımları kaplanabilmektedir [20].

1.4. Titanyum Dioksit (TiO₂)

Titanyum esaslı malzemelerin göstermiş oldukları yüksek korozyon ve aşınma dirençlerinin nedeni, yüzeylerinde 4,23 g/cm³ yoğunluğa sahip bir oksit tabakasının oluşumudur. Bu oksit tabakası anataz, rutil ve brokit şeklinde üç farklı kristalografik formdan meydana gelmektedir. Söz konusu yapılardan en yüksek kırınım indisini sergileyen rutil, çok yüksek bir sertliğe sahip olup termodinamik açıdan en kararlı yapıdır. Rutil ile benzer şekilde anataz da tetragonal yapıda olup, brokit ortorombik yapıya sahiptir [54, 55]. Rutil ve anataz ve brokit fazlarının kristalik yapıları Şekil 11 'de gösterilmektedir. Tablo 7'de ise anataz ve rutil fazlarının sahip olduğu özellikler verilmiştir. Oda sıcaklığındayken titanyum alaşımlarının kristal yapısı, alaşımı meydana getiren elementlere bağlıdır. Anataz fazı endüstriyel alan kullanımları için yaklaşık olarak 350°C gibi düşük sıcaklık değerinde elde edilir. Rutil fazı 400-800°C sıcaklık aralığında oluşmaya başlar. Bu sıcaklık
yapılmış olan çalışmalarda da açıklandığı şekilde brokit fazının oluşması için çok daha fazla yüksek sıcaklık ve basınç gereklidir.



Şekil 11. TiO₂ 'in (a) Anataz, (b) Rutil, (c) Brokit fazları [56].

Tablo 7. Anataz ve Rutil	fazlarının öz	zellikleri [56]
--------------------------	---------------	-----------------

Özellik	Anataz	Rutil
Kristal yapısı	Tetragonal	Tetragonal
Birim hücre başına atom sayısı	4	2
Latis parametreleri (nm)	a= 0,3785	a= 0,4594
	c= 0,9514	c= 0,29589
Birim hücre hacmi (nm ³)	0,1363	0,0624
Yoğunluk (kg/m ³)	3894	4250
Hesaplanan endirekt bant aralığı	3,23-3,59 / 34,.4-383,9	3,02-3,24 / 382,7-410,1
(eV) (nm)		
Deneysel bant aralığı (eV) (nm)	~3,2 /~387	~3.0 /~413
Kırılma indisi	2,54-2,49	2,79-2,903
HF içerisinde çözünürlük	Çözünür	Çözünmez
H ₂ O içerisinde çözünürlük	Çözünmez	Çözünmez
Sertlik (Mohs)	5,5-6	6-6,5
Hacim modülü (GPa)	183	206

1.5. Aşınma

Aşınma, birbirleriyle temas etmekte olan elemanların yüzeyleri arasında, fiziksel, kimyasal ve mekanik olaylar neticesinde mikroskobik boyuta sahip parçacıkların malzeme elemanı yüzeyinden kopup uzaklaşmasıyla meydana gelen malzeme kaybıdır. Aşınma yoluyla oluşan şekil değişiklikleri makine parçalarının iş yapabilme kapasitelerini azaltıp zaman içerisinde de yok etmektedir. Aşınma olayına örnek verilecek olursa matkap ile delme işlemi yapılırken ya da freze ile talaş kaldırma işlemi esnasında matkap ve freze çakısında oluşabilecek herhangi bir malzeme kaybı aşınma olarak ifade edilir ve arzu edilmeyen bir durumdur [57, 58]. Malzemelerde meydana gelen yıpranma ve yüzey bozunumu olaylarının aşınma olarak tanımlanabilmesi için bir takım şartları sağlaması gerekmektedir [59].

Bunlar;

- Fiziksel, kimyasal ve mekanik bir etkinin varlığı,
- Sürtünme hali,
- Yavaş bir şekilde ve sürekli olması,
- Malzemelerin yüzeylerinde değişikliklere yol açması,
- İstemsizce ortaya çıkması

Aşınan ve aşındırılmakta olan malzeme elemanları aşınma çifti şeklinde tanımlanmaktadır. Aşınma çiftinin elemanları ana cisim ve karşıt cismin ara yüzeylerinde belirli bir cismin bulunması halinde, düşük veya yüksek yük altında hareket ettirilmeleri durumunda aşınma meydana gelmektedir. Aşınma çiftinin ara yüzeydeki aşındırıcı ara malzeme sert taneli, sıvı ya da gaz formunda olabilmektedir. Ayrıca aşınma olayı esnasında malzemelerden ayrılan küçük parçacıklar ara malzeme olarak aktif bir şekilde aşınma olayına dahil olabilmektedirler [57, 60]. Aşınma, zamanla oluşan ve aniden oluşan olmak üzere iki farklı gruba ayrılmaktadır. Zamanla oluşan aşınma halinin mevcut olması durumunda aşınma miktarı zamana göre farklılık göstermektedir. Böyle bir aşınma durumunda başlangıçta malzeme kaybı miktarı çok fazla olup bu durum rodaj olarak tanımlanmaktadır. Rodaj işlemi malzemelerin birbirlerine alıştırılmasını ortaya koymaktadır [61].

1.5.1. Aşınma Türleri

Aşınmayı meydana getiren etkenlerin değişik durumlarına göre bunların birbirleriyle olan farklı etkileşimleri, değişik aşınma türlerinin meydana gelmesine sebep olmaktadır. Malzemenin cinsi, sertlik, malzemenin işlenme şekli, yük, sıcaklık ve yağlayıcı türü gibi parametrelerinde oluşabilecek değişiklikler aşınmayı etkilemektedir [62].

1.5.1.1. Abrazyon Aşınması

Eş çalışan malzeme yüzeylerinden sertliği yüksek olan tarafın pürüzleri nispeten daha yumuşak olan malzemenin yüzeyine gömülmekte ve plastik şekil değişimi meydana gelmektedir. Hareket sırasında sert malzemenin pürüzleri yumuşak kısmı kazıyarak yüzeyden malzeme kaldırmaktadır. Bu şekilde bir malzeme kaybının meydana gelmesi bunun bir aşınma mekanizması olduğunu göstermektedir. Abrazyon aşınması; uygulanan yük ve hareket sebebiyle sürtünen iki malzemeden sertliği yüksek olanın yüzeyindeki pürüzlerin çok daha düşük sertliğe sahip olan diğer malzemenin yüzeyinden çizme yoluyla mikro talaş kaldırılması olayı şeklinde nitelendirilmektedir. Malzemelerin sürtünen yüzeylerinde oluşan oksidasyon neticesinde meydana gelen sert parçacıklar, ara yüzeye dışarıdan dahil olan kum, toz veya talaş aşındırıcı görevi görebilmektedir. Söz konusu bu parçacıklar daha yumuşak olan malzemenin yüzeyine gömülürler ve sert olan yüzeyden zımparalama işlemi gibi malzeme kaldırırlar. Ayrıca sert parçacıklar gömüldükleri yumuşak yüzeyde de hasara yol açarlar ve yüzeyi yapılan hareket doğrultusunda çizerler. Abrazyon aşınmasının engellenebilmesi için yüzeyler sertleştirilmelidir. Sürtünen yüzeylere dışarıdan herhangi bir sert maddenin girmesini önlemek için iyi bir biçimde sızdırmazlık ve filtreleme yapılmalıdır. Ayrıca makina ve sistemler sıklıkla talaş ve pisliklerden arındırılmalıdır [63, 64].

Şekil 12 ve Şekil 13' de gösterildiği gibi abrazyon aşınması iki ve üç cisimli olmak üzere iki farklı şekilde ortaya çıkmaktadır. İki cisimli abrazyon aşınması modelinde yüzeyi pürüzlü ya da sabit aşındırıcı tanecikleri ihtiva eden yüzeyin hareketi ile birlikte yumuşak yüzeyden malzemenin kazınmasıdır. Bu tür mekanizma, abrazyon aşınmasının en basit şeklidir. Bu mekanizmada sert tanecikler veya pürüzlülükler yumuşak malzeme yüzeyinin karşısında basınç ve göreceli hareketi neticesinde yumuşak yüzeyde yivler ve çizikler meydana getirmektedir. Üç cisimli abrazyon aşınması modeli ise; sürtünen malzemelerin ara yüzeyinde aşındırıcı yabancı tanecikler yuvarlanma veya kayma hareketiyle yüzeyden malzeme kaldırmasıdır. Bu modeldeki üçüncü cisimler sert yüzeye sahiptir. Genel itibari ile aşınma ürünleri çok küçük partiküllüdür. Bu mekanizma şeklinde üçüncü cisim olan aşındırıcı taneciklerin, sürtünme ara yüzeyinde malzemelerin birbirine göre izafi hareketleri neticesiyle her iki malzeme yüzeyinde de yivler oluşturması ile aşınma oluşmaktadır. Toz, kum tanecikleri, aşınma sonucunda ortaya çıkan mikro talaşlar, mineral taneleri veya parçalanmış olan oksit tabakaları üçüncü cisim için örnekler olarak verilebilir. Malzemenin aşınma hızı üç cisimli abrazyon aşınma ile hızlanmaktadır. İlk başta aşınma, ara yüzeyde tutunmuş şekildeki aşındırıcı partiküller sebebiyle adezyon aşınması olarak ortaya çıkmaktadır. Üç cisimli abrazyon aşınmasında hareketli tanecikler uygulama süresinin % 90 '1 boyunca kesme işlemi yapmadan yuvarlanma eğilimine sahip olduğu için iki cisimli abrazyon aşınmasında bareketli tanecikler uşulama süresinin ki cisimli abrazyon aşınmasında mareketli tanecikler uşulama süresinin % 90



Şekil 12. İki cisimli abrazyon aşınması [66].



Şekil 13. Üç cisimli abrazyon aşınması [66]

Abrazyon aşınmasının engellenmesi veya etkisinin azaltılabilmesi için ;

- Malzemelerin yüzeyleri ısıl işlemler ile sertleştirilmeli veya uygun kaplamalar yapılmalıdır.
- Toz, kum, talaş gibi yabancı maddelerin dışarıdan sürtünme ara yüzeyine girmemesi için iyi bir şekilde sızdırmazlık sağlanmalıdır.
- Makinalar ve makina sistemleri sıklıkla talaş vb. diğer pislik ve artıklardan arındırılmalıdır [67].

1.5.1.2. Adezyon Aşınması

En yaygın aşınma türü adezyon (yapışma) aşınmasıdır. Karışabilen ve birbirleriyle kafes yapısı yönünden benzer olan malzemelerin yüzeyleri arasında güçlü bir kaynama bağı meydana gelmektedir. Malzemelerin yüzeyinde muhakkak bulunan pürüzlülükler özellikle çok yüksek bir dış kuvvet yardımıyla malzemenin akma gerilmesi sınırının aşılması ile plastik deformasyona uğrar. Yüzeyde biriktirilmiş sıvı ya da gaz molekülleri ve oksit tabakaları etki eden bu zorlama ile parçalanmaktadır. Temas bölgelerinde özellikle büyük pürüz çıkıntılarında mikro kaynak bağları ortaya çıkmaktadır. Bu bağlar temas yüzeylerinin birbirine göre zıt yönde hareketleri neticesinde kırılıp malzeme kaybı meydana gelmektedir. Adezyon aşınmasını önlemek için ara yüzeyler yağlanmakta ve kolay bir şekilde alaşım oluşumunun önüne geçebilmek adına malzeme çiftlerinden biri çelik gibi sert diğeri ise alüminyum ve bronz gibi yumuşak malzemelerden seçilmektedir. Şekil 14'de meydana gelen mikro kaynak bağı ve kopma şekli verilmiştir [61].



Şekil 14. Mikro kaynak bağı ve kopma şekli [66].

1.5.1.3. Korozyon Aşınması

Malzeme elemanlarının yüzeyleri, içerisinde bulundukları ortam ile rekasiyon gösterirler ve yüzeylerinde oksit vb. diğer başka tabakaların ortaya çıkmasına yol açarlar. Özellikle, makine elemanlarının kimyasal maddelere maruz kalması halinde kimyasallar ile reaksiyona girip makine elemanlarının yüzeyinde sert tabakalar ortaya çıkar. Stabil olmayan yükler altında çalışan malzemelerin yüzeylerindeki bu sert tabaklarda ise zamanla kırılma meydana gelir. Sert tabakanın kırılmış olan bu parçacıkları malzeme yüzeylerinde tekrar kimyasal reaksiyonlar oluşur ve böylece yeniden sert tabakaların oluşumuna sebep olur. Bu tabakalar maruz kalınan yük nedeniyle tekrar kırılmaya uğrar ve sürekli olarak devam eden bu olay korozyon aşınması şeklinde tanımlanmaktadır [68]. Şekil 15'de korozyon aşınması verilmiştir.



Şekil 15. Korozyon aşınması [68]

1.5.1.4. Yorulma Aşınması

Rulmanlı yataklar, dişli çarklar, krank milleri ve kam milleri gibi makine parçalarında sıklıkla rastlanılan aşınma türüdür. Makine sistemleri ve makina parçalarında uygulanan yüklerin değişmesi veya sürekliliği yorulma aşınmasına neden olmaktadır. Uygulanan yükler makine parçalarının yüzey kısımlarında çok küçük boyutlarda çatlaklar meydana getirir ve bu çatlaklar zamanla büyüyerek küçük parçacıklar halinde malzeme kaybına neden olmaktadır.



Şekil 16. Yorulma aşınması [72]

1.5.1.5. Erozyon Aşınması

Katı, sıvı ve gaz taşıyıcılarının içerisinde bulunan parçacıkların malzemenin yüzeyine çarpıp yüzeyden parçacık kopartmasıyla ortaya çıkan aşınma türü erozyon aşınmasıdır [73]. ASTM G76-95 standartına göre erozyon aşınması, sabit bir ivmesi olan partiküllerin, malzeme yüzeyine teması yoluyla yüzeyden malzeme yitirilmesi ile sonuçlanan olay şeklinde tanımlanmaktadır [68]. Erozyon aşınmasının abrazyon aşınmasından farkı deformasyon ve kırılma olayının birlikte meydana gelmesidir. Şekil 17'de erozyon aşınması verilmiştir.



Şekil 17. Erozyon aşınması [68]

1.6. Literatür Özetleri

Yapılmış olan literatür analizlerinde mikro ark oksidasyon işlemi ile alakalı pek çok değişik parametrelerde çalışmaların yürütüldüğü görülmüştür. Mikro ark oksidasyon konusunda yapılmış olan bir takım çalışmalar ve sonuçları aşağıda verilmiştir.

Günyüz çalışmasında; MAO işlemiyle oksit tabaka ile kaplanan CP-Ti(Ticari saflıktaki Titanyum), Ti6Al4V ve Ti6Al7Nb numunelerinin kaplanmış yüzey özelliklerine MAO işleminin ve belirlemiş olduğu farklı parametrelerin etkisini araştırmıştır. Kaplama işlemi farklı elektrolit türlerinde, farklı sürelerde ve farklı voltajlarda yapılmıştır. MAO işleminden sonra bu kaplamalara SEM ve XRD analizleri yapıp ıslanabilirlik, sertlik ve yüzey pürüzlülüklerini ölçmüştür. Sonuçlara göre, voltaj değeri ve elektrolit türleri değişimleri ile oksit tabakasındaki gözenek boyut ve miktarlarında farklılıklar tespit etmiştir. Na3PO4 + KOH çözeltisinde gerçekleştirilen kaplamaların fazlarının rutil ve anatazdan oluştuğunu ve voltaj değerinin artışıyla paralel olarak anataz oranının yükseldiğini görmüştür. (CH₃COO)₂Ca.H₂O + Na₃PO4 çözeltisinde oluşturulan kaplamaların ise rutil ve anataz fazının dışında kalsiyum titanat fazını da yapısında bulundurduğunu tespit etmiştir. Kaplanan tüm numunelerde işlem süresindeki artışın, iki çözelti türünde de ıslanabilirlik miktarlarında düşüşe yol açmıştır. Her iki çözeltide kaplanan numunelerin yüzey sertliklerinin kaplanmamış numuneden düşük olduğunu görmüştür [25].

Çimenoğlu ve arkadaşları çalışmalarında; Ti6Al4V ve Ti6Al7Nb alaşımlarının yüzeylerini Na₃PO₄ ve (CH₃COO)₂Ca.H₂O içeren çözeltide sabit elektriksel değişkenler ve işlem süresinde MAO işlemi ile kapladıktan sonra bu yüzeylerin in vitro biyolojik özelliklerini incelemişlerdir. MAO' dan sonra, bu iki alaşım üzerinde farklı özelliklerde ve yaklaşık 10 µm kalınlığında TiO₂ tabakası biriktirmişlerdir. Ti6Al4V yüzeyinde oluşturulan oksit tabakasının gözenekli bir yapıda olup hidroksiapatit (HA) çökeltileri içerdiğini tespit etmişlerdir. Ti6Al7Nb yüzeyindeki oksit tabakasının daha süngerimsi olup kalsiyum asetat çökeltileri içerdiğini gözlemlemişlerdir. Kaplanan numunelere hücre kültürü ve SBF (yapay vücut sıvısı) testleri yapmışlardır. Sonuçlara göre, tüm kaplamaların SBF testlerinde aynı tepkileri verdiklerini ve Ti6Al7Nb yüzeyindeki kaplamaya bağlı SAOS-2 hücre sayısının Ti6Al4V' den az olduğunu sonucuna varmışlardır. [26].

Haitao ve bir grup kişi çalışmalarında; sodyum fosfat (Na₃PO₄), sodyum alüminat (NaAlO₂), sodyum silikat (Na₂SiO₃) ve bileşik elektrolit (Na₃PO₄ + NaAlO₂ + Na₂SiO₃) içerisinde saf titanyum yüzeyinde MAO ile kaplamalar oluşturmuşlardır. MAO'dan sonra

kaplamaların yüzey morfolojik özellikleri ve faz bileşimi analizlerini SEM ve XRD ile gerçekleştirmişlerdir. Kaplamaların foto-katalitik aktivitelerinin ölçümünde metilen mavisi kullanmışlardır. Dört farklı elektrolitte oluşturulan kaplamalarda gözenekli ve pürüzlü yapılar elde etmişlerdir. Bileşik elektrolit ve sodyum fosfat elektrolitinde oluşturulan kaplamalardaki gözeneklerin homojen dağıldığını ve boyutlarının daha küçük olduğunu tespit etmişlerdir. Absorbans testinde sodyum alüminat ve sodyum silikatta oluşturulan kaplamaların foto-katalitik aktivitelerinin bileşik elektrolit kaplamalarınkinden düşük olduğunu görmüşlerdir. Elektrolit değişimiyle kaplamaların korozyon potansiyellerinde farklılıklar olup bileşik elektrolitte oluşturulan kaplamanın korozyon potansiyelinin -0.580 V'a ulaşacak değerde iyileştirildiğini ortaya koymuşlardır [27].

Yang ve Wu çalışmalarında; sodyum alüminat elektrolitinde farklı akım yoğunluklarında bileşimi % 0,3 Fe, % 0,2 O, % 0,05 N, % 0,1 C, % 0,015 H ve dengeleyici Ti olan bir titanyum alaşımı yüzeyine MAO işlemi uygulamışlardır. Çalışmanın amacı, akım yoğunluğunun kaplamaların mikro yapıyılarını nasıl etkilediğini çözümleyebilmektir. Kaplamaların yüzey morfolojileri ve faz bileşimlerinin analizlerini FESEM, XRD ve Raman spektrumları yöntemleri ile gerçekleştirmişlerdir. Kaplama yüzey pürüzlülüğü ve kalınlık ölçümü için Konfokal Lazer Tarama Mikroskopisi (CLSM) kullanmışlardır. Sonuçlara göre, kaplamalarının metastabil anataz ve stabil rutil fazlarından oluştuğunu görüşmüşlerdir. Akım yoğunluğundaki yükselişin rutil fazı içeriğinde de yükselişe yol açtığını tespit etmişlerdir [28].

Wanxia ve diğerleri çalışmalarında; farklı miktarlarda fosfat ve kalsiyum tuzları ile hazırladıkları kompozit elektrolitte Ti6Al4V üzerinde oksit kaplamalar oluşturmuşlardır. Çalışmanın amacı, Ti6Al4V yüzey mikro yapısını ve hidrofilik durumunu iyileştirebilmekti. MAO'dan sonra kaplamaların analizleri XRD, SEM, girdap akım kalınlığı ölçer ve elektrokimyasal çalışma durumu yoluyla gerçekleştirmişlerdir. Kaplamanın mikro gözenekli olduğunu ve anataz, rutil ve düşük miktarda da hidroksiapatit fazları içerdiğini tespit etmişlerdir. Anataz ve rutil faz miktarının elektrolit konsantrasyonunun yükselmesiyle arttığını görmüşlerdir. Hidroksiapatit miktarı potasyum dihidrojen fosfat (KH2PO4) içeriğine bağlı olup içeriğin artışıyla hidroksiapatit miktarının arttığı sonucunu çıkarmışlardır. Kaplamanın poroz olan dış bölgesinin, yüksek yoğunluklu iç bölgeye oranının potasyum dihidrojen fosfat miktarının yükselmesiyle arttığını görmüşlerdir. Böylece kaplamanın hidrofililik ve biyouyumluluğunun arttığı sonucuna ulaşmışlardır [29].

Bir diğer çalışmada; Ti6Al4V yüzeyinde, farklı miktarda ZrO₂ partikülleri içeren sodyum fosfat elektrolitinde MAO yöntemi ile kaplamalar elde etmişlerdir. Bu çalışmadaki amaç mikron boyutundaki ZrO₂ partikül ilavesinin kaplamanın aşınma özelliklerini ve oksidasyon dayanımlarını ne şekilde etkilediğini ortaya koymaktı. Kaplamalarının morfolojileri ve bileşimlerini SEM, XRD ve EDS ile analiz etmişlerdir. Kaplamanın yüksek sıcaklıktaki oksidasyon dayanımı ölçümünü 700 °C' de yapmışlardır. Ti6Al4V yüzeyindeki bu kaplamanın TiO₂, ZrTiO₄ ve ZrO₂ fazlarından oluştuğunu görmüşlerdir. ZrO₂ partiküllerinin ilavesiyle daha az miktarda mikro gözenek, daha az sayıda çatlak ve daha kalın kaplamaların elde edilebileceği sonucuna varmışlardır. Elektrolite 3 g/L ve 6 g/L ZrO₂ ilavesi ile 700 °C 'de numunelerde iyi bir aşınma ve oksidasyon direnci meydana geldiğini sonucuna varmışlardır [30].

Zhang ve arkadaşları çalışmalarında; bitki tohumu ve tanelerinden tedarik edilen doğal sodyum fitat elektrolitinde MAO ile Ti6Al4V alaşımını kaplamışlardır. MAO' dan sonra kaplamaları XRD, XPS ve FESEM ile analiz etmişlerdir. Kaplamanın biyouyumluluk ölçümünde MTT (3- (4,5-dimetiltiyazol-2-il) - 2,5 - difeniltetrazolium bromür) metodunu kullanmışlardır. Çalışma sonunda, sodyum fitatın kaplama oluşumuna dahil olduğunu ve bu anodik kaplamalar içerisinde geliştirildiklerini tespit etmişlerdir. MTT testlerinde, kaplanmış ve kaplanmamış Ti6Al4V alaşımlarının sitoksisite derecelerinin 1 olduğunu görmüşlerdir [31].

Yapılan bir başka çalışmada; Korozyon dayanımını arttırmak amacıyla, UCFT(ultrasonik soğuk dövme teknolojisi) ile rafine edilmiş olan Ti6Al4V yüzeyi MAO ile oksit kaplanmıştır. Kaplamarın yüzey pürüzlülükleri ve tane ölçümü için AFM ve TEM kullanmışlardır. SEM ve XRD yöntemleri ile kaplamaların mikro yapıları ve faz içeriklerini analiz etmişlerdir. Korozyon dirençleri için % 3,5'lik NaCl çözeltisinde EIS ve potansiyodinamik polarizasyon testleri yapmışlardır. Sonuçlara göre, UCFT ile kaplamaların yüzey pürüzlülüğünün düşürülebildiğini ve tanelerin inceltilebileceğini tespit etmişlerdir. MAO' dan önce UCFT işlemi yapılan numune yüzeylerindeki kaplamaların (UCFT- MAO) daha küçük mikro gözenekler içerdiğini ve gözenek miktarının UCFT ile işlem görmemiş olan MAO kaplamalarınınkinden az olduğunu görmüşlerdir. En yüksek sertliğe UCFT-MAO numunesinin sahip olduğunu sonucuna ulaşmışlardır. En iyi korozyon dayanımını UCFT-MAO numunesinde tespit etmişlerdir [32].

Ping ve diğerleri çalışmalarında; saf titanyumu NaAlO₂ konsantrasyonu 0 ile 0,4 g/L arasında değişen elektrolitlerde MAO ile kaplamışlardır. XRD ile kaplamaların fazlarının

33

TiO₂ (B), anataz ve rutili içerdiğini görmüşlerdir. NaAlO₂ içeriğinin kaplamaların kalitesini ve MAO işlemi direkt olarak etkilediğini tespit etmişlerdir. NaAlO₂ içeriğinin yükselmesiyle çalışma voltajının büyük ölçüde artırılabildiğini ve kaplamaların daha hızlı büyütülebildiği sonucuna ulaşmışlardır. NaAlO₂ miktarı yükseldikçe TiO₂(B) fazının azaldığını tespit etmişlerdir. Kaplamaların yüzeyindeki sinterlenmiş parçacık miktarı ve boyutlarının aşamalı olarak yükseldiğini ve mikro gözenek miktarının azaldığını görmüşlerdir. Kaplamaların Kaplamaların (33].

Shokouhfar ve Allahkaram çalışmalarında; Al₂O₃, TiO₂ ve SiC nano partikülleri içeren ve içermeyen alüminat esaslı elektrolitlerde saf titanyum, sabit voltaj altında MAO ile kaplamışlardır. Nano partiküllerin kaplamaların kalınlık, kimyasal faz ve bileşimi ile yüzey morfolojileri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. 7,5 g/L miktarında eklenen nano partiküllerin kaplamada homojen dağıldıklarını, mikro gözenek ve çatlakları doldurduklarını tespit etmişlerdir. Ancak kaplama kalınlığı ve akım-zaman tepkilerini etkilemediklerini görmüşlerdir. Nano partiküllerin kaplamarın pürüzlülüğünü, sürtünme katsayısını, korozyon akımı yoğunluğunu ve aşınma oranını azaltıp sertliği ve korozyon dayanımını yükselttiğini kaydetmişlerdir. En iyi aşınma ve korozyon dayanımına TiO₂ nano partiküllerini içeren kaplamanın sahip olduğu sonucuna varmışlardır [34].

Li ve çalışma arkadaşları; Farklı elektrolitlerde (silikat, fosfat, silikat + fosfat) Ti6Al4V üzerinde MAO kaplamaları oluşturarak, bu kaplamaların büyüme prosesi ve özellikleri arasındaki ilişkiyi araştırmışlardır. Kaplamalara sırasıyla termal şok ve ball-ondisk sürtünme testleri yapmışlardır. Elektrolitin, kaplamanın büyüme prosesi, adezyon ve tribolojik performanslarını büyük ölçüde etkilediği sonucuna varmışlardır. Silikat elektrolitinde hazırlanan kaplamaların büyüme prosesinin silikat oksitlerin yığılması ile yönlendirildiğini ve kaplama büyümesinin numunenin yüzeyinden dışarıya doğru olduğunu görmüşlerdir. Silikat oksitlerin, kaplamanın aşınma dayanımının iyileştirdiği sonucuna varmışlardır. Fosfat elektrolitinde oluşturulan kaplamanın daha iyi bir bağlanma kuvveti sergilediği ancak daha düşük aşınma dayanımı sergilediğini tespit etmişlerdir. Bileşke elektrolitte oluşturulan kaplamaların en yüksek bağlanma kuvveti ve aşınma dayanımı sağladığı sonucuna varmışlardır [35].

Ayday çalışmasında; Ti6Al4V alaşımını, Na₂SiO₃-(NaPO₃)₆ çözeltisinde farklı sürelerde (3-5-10 dk) MAO ile oksit kaplamıştır. MAO kaplamalarının kalınlık ve yüzey pürüzlülüklerini ölçüp korozyon dayanımınlarnı araştırmak için %2 g/l'lik NaOH

çözeltisinde bekleterek ağırlık kayıplarını ölçmüştür. Ayrıca kaplamalara SEM (taramalı elektron mikroskobu) ve EDS analizleri yapmıştır. İşlem süresinin artışına paralel olarak yüzey pürüzlülük değeri, kaplamanın kalınlığı ve korozyon direncinde yükseliş kaydetmiştir [36].

Wang ve bir grup araştırmacı çalışmalarında; MAO ile sodyum silikat çözeltisinde saf titanyum (saflık %99,9), Ti6Al4V ve Ti-35Nb-2Ta-3Zr alaşımlarını oksit kaplamışlardır. İşlem parametreleri her numune için aynı olmasına rağmen kaplamaların farklı morfolojilerde olduğunu görmüşlerdir. Ti-35Nb-2Ta-3Zr alaşımı yüzeyinde, gözenekli iç içe geçmiş zar şeklinde bir kaplama oluştuğu için bu alaşımın diğerlerine kıyasla daha iyi bir film oluşturma olanağı sunduğu sonucunu çıkarmışlardır. EDS analizinde, kaplamaların Ti, Si, O elementleri ile altlık malzeme ve çözeltideki elementler nedeniyle Al, Na, V, N ve Nb elementleri tespit etmişlerdir. Oluşturulan kaplamalarda % 80,6 ile en yüksek anataz miktarının Ti-35Nb-2Ta-3Zr'de olduğunu kaydetmişlerdir. En yoğun ve en kalın kaplamanın Ti-35Nb-2Ta-3Zr yüzeyinde oluşturulduğunu, iyi bir korozyon direnci ve hidrofilik özellik gösterdiğini bulmuşlardır [37].

Durdu ve arkadaşları çalışmalarında; CP-Ti (Grade 2) üzerinde TE-PVD(termal buharlaşma-fiziksel buhar biriktirme) yöntemi ile Ag bir film katmanı oluşturmuşlardır. Ardından Ag içeren ve içermeyen yüzeyleri potasyum hidroksit ve sodyum silikat içeren çözeltide MAO yöntemi ile kaplamışlardır. Kaplamaların özellikleri için SEM, XRD, ATR-FTIR, EDS-haritalama ile analizleri yapıp temas açısı gonyometrisi ve yüzey profilometrisi ile ölçümler yapmışlardır. Tüm kaplamaların gözenekli ve pürüzlü yapıda olup anataz ve rutil fazlarından oluştuğunu bulmuşlardır. Ag içeren MAO kaplamanın Ag içermeyen MAO kaplamadan daha yüksek hidrofilik özellikte olduğunu görmüşlerdir. 28 gün boyunca SBF'de bekletilen iki kaplamanın yüzeyinde apatit oluştuğu ve Ag içeren MAO kaplamanın biyoaktivitesinin Ag içermeyen MAO kaplamadan iyi olduğu sonucuna varmışlardır. Ag içermeyen kaplamanın yüzeyine yapışan bakteri sayısının daha fazla olduğunu görmüşlerdir [38].

Bir başka çalışmada; TC4 (Ti6Al4V) alaşımının yüzeyinde, ultrasonik yardımlı ve ultrasonik yardımsız olarak (NaPO₃)₆ ve NaAlO₂ elektrolitlerinde MAO yöntemi ile oksit kaplamları oluşturmuşlardır. Kaplamaların mikro yapısal özelliklerin analizi ve CO₂ ile doymuş benzetilmiş petrol sahası tuzlu suyu içerisinde bu kaplamaların elektrokimyasal korozyon dirençleri hakkında bilgiler edinmişlerdir MAO ile kaplanmış ve kaplanmamış TC4 alaşımı yüzeyinde aşınma testleri yapmışlardır. TC4 alaşımının aşınma ve korozyon dayanımının hem U-MAO (ultrasonik yardımlı) hem de MAO kaplamaları ile geliştirilmiş olduğunu görmüşlerdir. Ultrasonik yardım işleminin kaplamaların faz kompozisyonu, kalınlığı, yüzey performansı ve yüzey morfolojisini etkilediğini tespit etmişlerdir. U-MAO kaplamaların mikro yapı ve özelliklerinde kullanılan elektrolite göre farklılıklar tespit etmişlerdir [39].

Xu ve diğerleri çalışmalarında; ECAP (eşit kanal açısal presleme) ile işlenmiş saf titanyumun biyoaktivite özelliğini iyileştirmek için Si, Ca ve P içeren elektrolitte farklı sürelerde MAO işlemi gerçekleştirmişlerdir. İşlem süresinin, kaplamanın pürüzlülüğü, ıslanabilirliği ve yüzey morfolojisine olan etkisini araştırmışlardır. Kaplama numunelerine hücre çoğalması deneyi, osteoblastların yapışma özelliği analizi ve sitotoksisite deneyi yapmışlardır. MAO işlem süresinin, kaplamalarının ıslanabilirliği ve mikro yapısını etkilediğini tespit etmişlerdir. Süre artışıyla pürüzlüğün ve mikro gözenek boyutda önemli ölçüde artış olurken gözenek sayısında ise azalma kaydetmişlerdir. En yüksek ıslanabilirliği 9 dk' lık MAO işlem süresinde elde etmişlerdir. Ultra ince taneli titanyumun sitotoksisitesinin kaplama işleminden önce ve sonra 0 derece olduğunu görmüşlerdir. En yüksek biyoaktivite özelliğine 9 dk süre ile kaplanmış numunenin sahip olduğu sonuna varmışlardır [40].

Yukarıda verilmiş olan literatür özetlerinden de görüldüğü üzere mikro ark oksidasyon işlemi Ti alaşımlarının yüzey karakteristikleri (aşınma, mukavemet, korozyon, biyouyumluluk) üzerinde önemli bir etkiye sahiptir.

2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada Ti6Al4V alaşımının yüzeyine MAO yöntemiyle fosfat katkılı ve alüminat katkılı çözeltiler kullanılarak oksit kaplamalar yapılmış olup kaplamaların yapısal ve tribolojik özellikleri incelenmiştir.

2.1. Numune Hazırlama

30 mm çap ve 3 mm kalınlıktaki Ti6Al4V alaşımı numuleri, 150, 240, 400, 800 ve 1200 nolu SiC zımpara kağıtları ile zımparalanmış ve alkol ile yıkanıp kurutulmuştur. Böylece numuneler MAO işlemi için hazır hale getirilmiştir. Çalışmada kullanılan Ti6Al4V alaşımının kimyasal içeriği Tablo 8' de verilmiştir.

Tablo 8. Ti6Al4V alaşımının kimyasal bileşimleri (% ağırlık)

T'CA1434	Ti	Al	V	Fe	С	N	0	Н
116A14 V	Bal.	6	4	0,16	0,01	0,01	0,07	0,006

2.2. Mikro Ark Oksidasyon İşlemi

MAO işleminde kullanılmış olan cihaz Şekil 18'de verilmiştir. Bu cihaz 30 kW kapasitelidir ve alternatif akım (AC) güç kaynağına sahiptir. Kaplama işlemine başlamadan önce mikro ark oksidasyon üzerinde önemli etkiye sahip olan parametreler belirlenmiş ve Tablo 9' da gösterilmiştir. İşlemde 2 litre olarak hazırlanan iki farklı elektrolitik çözelti kullanılmış olup çözelti içerikleri Tablo 10'da verilmiştir. Bu çalışmada fosfat katkılı ve alüminat katkılı çözeltilerde kaplanmış olan numuneler sırasıyla MAO-F ve MAO-A şeklinde adlandırılmıştır.



Şekil 18. MAO işleminde kullanılan cihaz

Tablo 9.	MAO	islem	parametreleri
10010 / /	1.1110		

MAO İŞLEMİ PARAMETRE VE SEVİYELERİ							
Pozitif Voltaj(V)	Pozitif Voltaj(V)Negatif Veltaj(V)Frekans (Hz)Pozitif Duty 						
450	450 50 250 10 5 20						

Tablo 10. MAO işleminde kullanılan elektrolit çözeltileri

	Kullanılan Kimyasallar
Fosfat Katkılı Çözelti	8 gr/l Na ₂ SiO ₃ + 2 gr/l KOH + 6 gr/l Na ₂ HPO ₄
Alüminat Katkılı Çözelti	8 gr/l Na2SiO3 + 2 gr/l KOH + 6 gr/l NaAlO2

MAO işleminde anot olarak Ti6Al4V alaşımı, katot olarak da paslanmaz çelikten imal edilmiş olan banyo duvarları seçilmiştir. Hazırlanan elektrolitlerin homojen bir şekilde dağılmasını sağlayabilmek için bir karıştırıcıdan faydalanılmıştır. Kaplama işlemi tamamlandıktan sonra numuneler alkol ile yıkanmış ve kurutulmuştur. Daha sonra 100 °C sıcaklıkta 1 saat süre ile ısıl işleme tabi tutulmuştur. Şekil 19' da Ti6Al4V numunesinin kaplama esnasındaki görünümü verilmiştir.



Şekil 19. Numunenin MAO işlemi esnasındaki görünümü

2.3. Karakterizasyon İncelemeleri

Mikro ark oksidasyon sonrası makro ve mikro olarak karakterizasyon incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Makro inceleme çıplak gözle yapılmış olup mikro incelemeler için de çeşitli teknik ve cihazlar kullanılmıştır.

2.3.1. Kaplama Kalınlık Ölçümü

Farklı çözeltilerde kaplanan numunelerin kaplama kalınlıklarının ölçümü ISOSCOPE FMP30+FTA3.3H Eddy Current kaplama kalınlığı ölçme cihazı ile yapılmıştır. İşlem fosfat çözeltisi ve alüminat çözeltisi numunelerinin her birinin yüzeylerinde 10 farklı noktadan ölçüm alınarak gerçekleştirilmiştir.

2.3.2. Üç Boyutlu (3D) Yüzey Profilometrisi

Kaplama işlemi tamamlandıktan sonra kaplamasız Ti6Al4V, fosfat katkılı ve alüminat katkılı çözeltiler içerisinde kaplanmış olan numunelerin yüzey pürüzlülük değerleri ölçülmüştür. MAO işlemi ile kaplanmış olan MAO-F, MAO-A ve kaplamasız Ti6Al4V numunelerin yüzey pürüzlülük değerleri ölçümleri için Şekil 20' de verilmiş olan Nanofocus uscan 3D yüzey profilometre cihazı kullanılmıştır.



Şekil 20. 3D Yüzey profilometrisi cihazı

2.3.3. SEM Analizleri

MAO işlemi ile kaplanmış ve kaplanmamış olan Ti6Al4V numunelerinin yüzey morfolojisi ve aşınma izlerinin analizleri Şekil 21' de verilmiş olan ZEISS marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 21. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

2.3.4. XRD Analizileri

MAO işlemi sonrası kaplanmış ve kaplanmamış olan Ti6Al4V numunelerinin yapılarında bulunan fazların analizleri X-Ray difraktometresi ile yapılmıştır. Şekil 22' de faz analizi için kullanılan X'Pert³ Powder Diffractometer görülmektedir. XRD ölçümleri 10-90° tarama aralığında, 0,0230 derece/sn tarama hızında ve 0,0131° tarama adımında 1 saat süre ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 22. X ışını difraktometre (XRD) cihazı

2.4. Tribolojik Özelliklerin İncelenmesi

MAO işlemiyle kaplanmış ve kaplanmamış Ti6Al4V numunelerinin tribolojik karakteristikleri Şekil 23' de gösterilen TRİBOMETER ball-on-disc aşınma cihazı ile belirlenmiştir. Triboloji deneylerinin gerçekleştirildiği deney şartları Tablo 11' de verilmiştir. Aşındırıcı olarak, sertliği 1500 Vickers olan alümina seramik bilya kullanılmıştır. Numunelerin sürtünme katsayıları aşağıda verilen formül (Denklem 4) yardımıyla hesaplandı.

$$\mu = F_S / F_N \tag{4}$$

Burada μ sürtünme katsayısı, Fs sürtünme kuvveti (N), F_N uygulanan kuvvettir. Yüzeylerin aşınma genişlikleri (W) ve derinlikleri (D) 3D yüzey profilometrisi ile ölçülüp ASTM G133 - 05 standardına göre numunelerin yüzey aşınma hacmi Denklem 5 ile belirlendi [74]. Şekil 24'de aşınma izinin genişliğinin ve derinliğinin şematik gösterimi verilmiştir.

$$V = \frac{\pi}{4} \cdot W \cdot L \cdot D \tag{5}$$

V: Aşınma hacmiL: Aşınma iz uzunluğuW: Aşınma iz genişliğiD: Aşınma iz derinliği



Şekil 23. Ball-on-disc aşınma cihazı

Tablo 11	. Triboloji	deney	şartları
----------	-------------	-------	----------

PARAMETRELER	DENEY ŞARTLARI
Uygulanan Yük (N)	1 - 2,5 - 5
Hız (m/s)	0,13
Devir Sayısı (rpm)	240
Kayma Mesafesi (m)	50
İz Çapı (mm)	8
Bilya Çapı (mm)	6
Bilya	Al ₂ O ₃
Ortam	Atmosfer



Şekil 24. Aşınma izinin genişliğinin ve derinliğinin şematik gösterimi

Yapılan aşınma deneylerinin ardından numunelerin aşınma yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiş olup etkin aşınma mekanizmaları belirlenmiştir.

3. BULGULAR

3.1. Karakterizasyon İncelemele Bulguları

Çalışmada kullanılan Ti6Al4V numunelerinin yüzeyleri iki farklı elektrolit çözeltisi kullanılarak kaplanmış olup kaplama sonrası numunelerin görüntüleri Şekil 25' de verilmiştir. MAO işleminden sonra her iki çözelti ile kaplanmış numunelerin oksitleri gri renktedir. Ancak MAO-A numunesinin yüzey renginin daha koyu olduğu görülmüştür.



Şekil 25. Kaplanan Ti6Al4V alaşımlarının görünümü; (a) MAO-F Numunesi, (b) MAO-A Numunesi

Fosfat katkılı ve alüminat katkılı çözeltilerde oluşturulan kaplamaların kalınlıkları sırasıyla \pm 30,36 µm ve \pm 40,70 µm olarak ölçülmüştür. Şekil 26 - 28' de fosfat katkılı ve alüminat katkılı çözeltiler içerisinde MAO ile kaplanan ve kaplamasız Ti6Al4V numunelerinin iki ve üç boyutlu olarak yüzey pürüzlülükleri gösterilmiştir. Ayrıca Tablo 12' de Ra ortalama yüzey pürüzlülük değerleri verilmiştir.



Şekil 26. Kaplamasız Ti6Al4V numunesinin iki ve üç boyutlu yüzey görünümü



Şekil 27. MAO-F numunesinin iki ve üç boyutlu yüzey görünümü



Şekil 28. MAO-A numunesinin iki ve üç boyutlu yüzey görünümü

Tablo 12. Numunelerin Ra değerleri

	Ti6Al4V	MAO-F	MAO-A
Ra	0.464 µm	7.060 µm	5.503 µm

Sonuçlardan görüldüğü üzere MAO ile Ti6Al4V alaşımlarının yüzeyinde oksit kaplamlarının oluşturulması yüzey pürüzlülüğünü artırmıştır. Fosfat katkılı çözeltide oksit film ile kaplanan numunenin yüzey pürüzlülük değeri ise alüminat katkılı çözeltide kaplanan numunenin yüzey pürüzlülük değerinden yüksek olduğu bulunmuştur.

Farklı çözeltilerde MAO ile Ti6Al4V yüzeyinde oluşturulan kaplamaların kristalografik özellikleri Şekil 29' da gösterilen XRD spektrumları ile tayin edilmiştir. Kaplamaların XRD grafikleri incelendiğinde TiO₂ 'nin formları olan rutil ve anataz fazları ile birlikte Ti6Al4V altlık malzemeden gelen titanyum pikleri tespit edilmiştir.



Şekil 29. Numunelerin XRD spektrumu

Fosfat katkılı ve alüminat katkılı çözeltiler kullanılarak kaplanmış numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüleri Şekil 30 (a - b) ve Şekil 31 (a - b)'de verilmiştir. Numunelerin yüksek büyütmelerdeki (X1500) SEM görüntüleri şekillerin sağ üst köşelerinde gösterilmiştir. Ti6Al4V altlık malzemeler üzerinde MAO işlemi ile pürüzlü bir yüzey ve gözenekli yapıya sahip kaplamalar elde edilmiştir. MAO-F numunesinde çok gözenekli süngerimsi bir yapı ortaya çıkmıştır. Fazla sayıda ve farklı boyutlarda deşarj kanallarının yüzeye homojen bir şekilde dağılmış olduğu tespit edilmiştir. Yüzeyin süngerimsi yapıda oluşu bu kaplamanın kaba ve dolayısıyla pürüzlü olmasına yol açmıştır. MAO-A numunesinin yüzeyinde pürüzlü ve yüzeye sıvanmış şekildeki bileşenlerin oluşturduğu pürüzsüz bölgelerin bir arada mevcut olduğu görülmüştür. MAO-F numunesinde görülen süngerimsi yapı, farklı boyutlara sahip deşarj kanalların MAO-F numunesinde de olup MAO-F numunesinden farklı olarak oluşan deşarj kanalların etrafında hızlı katılaşmadan dolayı sıvanmış durumda malzeme ve malzemenin sıvanmış olduğu bölgelerde mikro çatlaklar görülmektedir. MAO-A numunesindeki süngerimsi yapı miktarının MAO-F numunesine kıyasla önemli ölçüde azaldığı tespit edilmiştir. Dolayısıyla kaplama yüzeyi daha pürüzsüz

bir hal almıştır. Deşarj kanalları boyutunun MAO-A numunesine göre MAO-F numunesinde daha büyük olduğu ve sayısının bir miktar daha az olduğu görülmüştür.



Şekil 30. Kaplama numunelerinin 250X büyütmedeki SEM görüntüleri; (a) MAO-F Numunesi, (b) MAO-A Numunesi



(b)

Şekil 31. Kaplama numunelerinin 2.50 K X büyütmedeki SEM görüntüleri; (a)MAO-F Numunesi, (b)MAO-A Numunesi

3.2. Tribolojik Özellik Bulguları

Fosfat katkılı ve alüminat katkılı çözeltilerde kaplanmış ve kaplanmamış Ti6Al4V numunelerinin ball on dics aşınma deneyleri 1 N, 2,5 N ve 5 N yükleri altında, normal şartlar altında oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Aşınma yüzeylerinin iz derinliği ve genişliğinin ölçüldüğü bölgeler ile aşınma izi derinlik profilleri sırasıyla Şekil 32 ve Şekil 33'de gösterilmiştir.



Şekil 32. Aşınma yüzeylerinde 3D yüzey profilimetrisi ile iz derinliği D ve genişliğinin W ölçüldüğü bölgeler

$D_1=20 \ \mu m$	$W_1 = 0,82 \text{ mm}$	$D=\left(\ D_{1}+D_{2}+D_{3}+D_{4} \ \right) / \ 4$
$D_2 = 32 \ \mu m$	W ₂ = 0,93 mm	$W=(W_1+W_2+W_3+W_4)/4$
D ₃ = 24 µm	W3= 0,90 mm	D= 28 μm
D4= 36 µm	$W_4=1 mm$	W= 1,24 mm



Şekil 33. Aşınma izi derinlik profilleri; (a) D₁ bölgesi, (b) D₂ bölgesi, (c) D₃ bölgesi, (d) D₄ bölgesi

Şekil 34 - 36' da fosfat katkılı ve alüminat katkılı çözeltilerde büyütülen kaplamaların ve kaplamasız Ti6Al4V numunesinin farklı yükler altında gerçekleştirilen aşınma deneylerinin sürtünme katsayısı (µ) - kayma mesafesi (m) grafikleri verilmiştir. 1 N, 2,5 N ve 5 N yükler altında en düşük sürtünme katsayısı kaplamasız Ti6Al4V numunesinde olurken en yüksek sürtünme katsayısı MAO-F numunesinde görülmüştür. Tüm numunelerde sürtünme katsayısının artan yükle azaldığı tespit edilmiştir.

Şekil 34' de 1 N yük altında numunelerin sergilemiş olduğu sürtünme katsayıları görülmektedir. Bu yükte en düşük sürtünme katsayısı değerine kaplamasız Ti6Al4V numunesi sahiptir. Sürtünme katsayısı deneyin başında yaklaşık 0,3 - 0,4 μ değerindeyken aniden yaklaşık 0,2 μ 'a düşmekte ve belirli bir kayma mesafesi boyunca 0,2 μ 'un altında lineer biçimde devam etmektedir. Ancak sonrasında sürtünme katsayısı ani bir şekilde yaklaşık olarak tekrar 0,3 - 0,4 μ değerine ulaşmaktadır. Deneyin sonuna doğru sürtünme katsayısı yaklaşık 0,4 - 0,5 μ 'ye yükselmekte ve ardından tekrar az bir düşüş ile yaklaşık 0,3 μ değerini almaktadır. MAO-F numunesinin sürtünme katsayısı başlangıçta yaklaşık 0,4 μ olup kayma mesafesindeki artış ile birlikte bu değer yavaş bir şekilde yaklaşık 1 μ değerine ulaşıp deneyin sonunda da yaklaşık 0,9 μ 'a düştüğü görülmüştür. MAO-A numunesinin sürtünme katsayısının başlangıç değeri ise yaklaşık 0,3 - 0,4 μ aralığında olup MAO-F numunesinde de görüldüğü gibi mesafeyle yavaşça yaklaşık 0,9 μ 'a ulaşmıştır. Deneyin sonuna doğru ise yaklaşık 0,7 - 0,8 μ 'a düşmüştür.



Şekil 34. Numunelerin 1 N yük altındaki sürtünme katsayısı (µ) - kayma mesafesi (m) grafiği

Şekil 35' de numunelerin 2,5 N yükteki sürtünme katsayısı (μ) - kayma mesafesi (m) grafiği verilmiştir. 2,5 N yük altında yapılan aşınma işleminde en düşük sürtünme katsayısına kaplamasız Ti6Al4V sahiptir. Aşınma deneyinin başlarında sürtünme katsayısı yaklaşık 0,2 μ olup 1 N yükte meydana gelen sürtünme katsayısındaki ani artış daha kısa bir sürede tekrar ortaya çıkmıştır. Ani bir şekilde yaklaşık 0,5 μ 'a yükselen sürtünme katsayısı yeniden yaklaşık 0,4 μ 'a düşmüştür. Sonrasında ise tekrar yükselerek yaklaşık 0,5 - 0,6 μ aralığında bir değere ulaşmıştır. Deneyin başlangıcında MAO-F numunesinin sürtünme katsayısı yaklaşık 0,2 - 0,3 μ olup kayma mesafesinin artışıyla birtikte yaklaşık 0,8 - 0,9 μ 'a yükselmiştir. Bu yükselişin ardından ise yaklaşık 0,7 - 0,8 μ ' a düşmüştür. MAO-A numunesinin sürtünme katsayısı başlangıçta yaklaşık 0,2 μ olup kayma mesafesi ile birlikte artarak yaklaşık 0,9 μ değerine ulaştığı tespit edilmiştir.



Şekil 35. Numunelerin 2,5 N yük altındaki sürtünme katsayısı (µ) kayma mesafesi (m) grafiği

Numunelerin 5 N yük altındaki sürtünme katsayısı (µ) - kayma mesafesi (m) grafiği ise Şekil 36' da gösterilmektedir. 5 N yükte en düşük sürtünme katsayısı kaplamasız Ti6Al4V numunesine ait olup deney başlangıç değeri yaklaşık 0,2 µ'dur. Bu değer kısa bir süre çok az bir miktarda azalıp sonra aniden yaklaşık 0,4 - 0,5 µ'a yükselmiştir. Bu ani yükselişin ardından sürtünme katsayısı belirli bir kayma mesafesine kadar artışa devam ederek yaklaşık 0,5 - 0,6 µ'a yükselmiştir. Ancak daha sonra yaklaşık 0,4 µ'a düşüp sonra yeniden yükselmeye başlayarak yaklaşık 0,6 µ'a ulaşmıştır. Sürtünme katsayısnın deneyin sonuna kadar az miktardaki düşüş ve yükseliş ile yaklaşık bu değerde kaldığı tespit edilmiştir. MAO-F numunesinin 5 N'daki sürtünme katsayısının başlangıç değeri yaklaşık 0,3 - 0,4 µ olup belirli bir kayma mesafesi boyunca artarak yaklaşık 0,9-1 µ değerini almıştır. Ardından ani bir şekilde yaklaşık 0,4 - 0,5 µ düşmüştür. Sonrasında ise yavaşça yaklaşık 0,6 - 0,7 µ değerine ulaştığı görülmüştür. MAO-A numunesinin 5 N yükteki sürtünme katsayısının başlangıç değeri yaklaşık 0,4 µ'dur. Bu değer kısa bir kayma mesafesiyle yaklaşık 0,9 μ 'a ulaşıp ardından ani bir şekilde yaklaşık 0,4 - 0,5 μ aralığında bir değere kadar düşmüştür. Sonrasında sürtünme katsayısının tekrar yaklaşık 0,6 µ'a yükseldiği ve deneyin sonuna kadar yaklaşık olarak bu değerde kaldığı görülmüştür.



Şekil 36. Numunelerin 5 N yük altındaki sürtünme katsayısı (µ) - kayma mesafesi (m) grafiği

Şekil 37' de MAO işlemi ile kaplanmış ve kaplanmamış Ti6Al4V numunelerinin ortalama sürtünme katsayısı (μ) – yük (N) grafiği verilmiştir. Ti6Al4V alaşımının ortalama sürtünme katsayı değeri MAO-F ve MO-A numunelerinden düşük olup en yüksek ortalama sürtünme katsayısı değerine MAO-F numunesi sahiptir.



Şekil 37. Numunelerin ortalama sürtünme katsayısı (μ) – yük (N) grafiği

Şekil 38' de fosfat katkılı ve alüminat katkılı çözeltilerde kaplanmış ve kaplanmamış Ti6Al4V'un aşınma yüzeylerinin dört farklı noktalarında ölçüm yapılıp ortalama aşınma derinliklerinin uygulanan yük ile değişimleri verilmiştir. Artan yük ile birlikte her bir numunede aşınma derinliği miktarının arttığı tespit edilmiştir. Kaplamasız Ti6Al4V'un 1 N, 2,5 N ve 5 N yükteki ortalama aşınma derinlikleri sırasıyla 5,7 μ m, 10,9 μ m ve 21,8 μ m' dir. Aynı şekilde 1 N, 2,5 N ve 5 N yükteki ortalama aşınma derinlikleri MAO-F numunesinde sırasıyla 11,5 μ m, 23,5 μ m ve 31,25 μ m olup MAO-A numunesinde ise sırasıyla 9 μ m, 29 μ m ve 43,5 μ m olarak ölçülmüştür.



Şekil 38. Numunelerin ortalama aşınma derinliği (µm) – yük (N) grafiği

Aşındırılmış yüzeylerin genişlikleri (W) ve derinlikleri (D) 3D yüzey profilometrisi ile ölçüldükten sonra Denklem 5 ile hesaplanan aşınma hacimlerinin grafiği Şekil 39' da verilmiştir. Tüm numunelerin aşınma hacim kaybı miktarları uygulanan yük artışıyla yükselmiştir. Tablo 13'de kaplanmış ve kaplanmamış Ti6Al4V numunelerinin 1 N, 2,5 N ve 5 N yükteki sürtünme katsayıları ve aşınma hacim kayıp miktarları gösterilmiştir.



Şekil 39. Numunelerin aşınma hacim kaybı (mm³) – yük (N) grafiği

Tablo 13.	Numunelerin farkl	ı yüklerdeki sü	irtünme katsayıları	ve aşınma haq	cim kaybı
	miktarları				-

	1 N		2,5 N		5 N	
Numuneler	Ort. Sürt. Katsayısı (µ)	Hacim Kaybı (mm ³)	Ort. Sürt. Katsayısı (µ)	Hacim Kaybı (mm ³)	Ort. Sürt. Katsayısı (µ)	Hacim Kaybı (mm ³)
Kaplamasız Ti6Al4V	0,20	0,06	0,37	0,19	0,33	0,58
MAO-F	0,74	0,11	0,64	0,38	0,65	0,56
MAO-A	0,70	0,08	0,59	0,52	0,54	1,06

Kaplamasız Ti6Al4V numunesinin 1 N, 2,5 N ve 5 N yükteki aşınma yüzeylerinin görüntüleri sırasıyla Şekil 40, Şekil 43 ve Şekil 46' da gösterilmiştir. Kaplamasız Ti6Al4V numunesi plastik deformasyon, kesme, kayma yönüne paralel olarak çok sayıda oluk ve çizik izleri, malzeme aktarımı ve aşınma ile karakterize edilen ciddi bir aşınmaya maruz kaldığı görülmüştür. Ayrıca aşınma yüzeyinde alümina aşındırıcı bilyadan kopan beyaz parçacıkların varlığı tespit edilmiştir. Yüzeydeki bu bulguların şiddet ve miktarının uygulanan yük miktarı ile birlikte arttığı, oluk ve çizik izlerinin daha da derinleştiği sonucuna varılmıştır. Ayrıca artan yük ile birlikte aşınma izinin genişlediğinin de arttığı tespit edilmiştir. Aşınma yüzeyinde ortaya çıkan bu belirtiler tipik abrazyon aşınma türünün özelliklerini göstermektedir.

Şekil 41' de fosfat katkılı çözeltide kaplanan numunenin 1 N yükte aşındırılmış yüzeyinin SEM görüntüleri bulunmaktadır. MAO-F numunesinin aşınma yüzeyinde pula benzer yapıların oluştuğu görülmüştür. Şekil 42' de yine 1 N yükte aşındırılan MAO-A

numunesinin aşınma yüzeyinin SEM görüntüleri bulunmaktadır. MAO-A numunesinin aşınma yüzeyinde pul benzeri yapı izlerinin olmadığı, ancak aşındırıcı Al₂O₃' in sürtünme hareketi doğrultusunda, bölgesel katmanlara ayrılma belirtisi olmadan yüzeyde parlatma ve düzgünleştirme etkisi yarattığı kaydedilmiştir. 1 N yükte MAO-F, MAO-A ve kaplamasız Ti6Al4V numunelerinin aşınma iz genişlikleri sırasıyla ~ 486 μ m, ~ 432 μ m ve ~ 520 μ m olarak ölçülmüştür.

2,5 N yük ile aşındırılan MAO-F ve MAO-A numunelerinin aşınma yüzeyleri sırasıyla Şekil 44 ve Şekil 45'de gösterilmektedir. 2,5 N'daki kaplamaların aşınma yüzeyleri kaplamasız Ti6Al4V numunesinin aşınma yüzeyinde mevcut olan oluk açma ve plastik deformasyona ilişkin belirgin kanıtlar olmaksızın göreceli olarak düzgündür. Bu aşınma yüzeylerinde hala daha var olan mikro gözenekler tespit edilmiştir. 2,5 N'da aşındırılan MAO-F, MAO-A ve kaplamasız Ti6Al4V numunelerinin aşınma iz genişlikleri sırasıyla ~ 807 μm, ~ 915 μm ve ~ 890 μm' dur.

Şekil 47 ve Şekil 48' de farklı çözeltilerde kaplanmış numunelerin 5 N yükte aşındırılmış yüzeylerinin SEM görüntüleri bulunmaktadır. 5 N yükte her iki kaplamanın aşınma yüzey özellikleri tipik olarak kaplamasız Ti6Al4V'daki gibi olup oluklar, çizikler, plastik deformasyonlar içermektedir. Ayrıca alümina bilyadan kopup ara yüzeye aşındırıcı partikül olarak dahil olan parçacıkların varlığı tespit edilmiştir. 5 N yükte aşındırma işlemi uygulanan MAO-F, MAO-A ve kaplamasız Ti6Al4V numunelerinin aşınma iz genişlikleri ise sırasıyla ~ 919 μm, ~ 1240 μm ve ~ 1323 μm olarak ölçülmüştür.



Şekil 40. 1 N yükte aşındırılmış kaplamasız Ti6Al4V 'un farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



Şekil 41. 1 N yükte aşındırılmış MAO-F numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri


Şekil 42. 1 N yükte aşındırılmış MAO-A numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



Şekil 43. 2,5 N yükte aşındırılmış kaplamasız Ti6Al4V 'un farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



Şekil 44. 2,5 N yükte aşındırılmış MAO-F numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



Şekil 45. 2,5 N yükte aşındırılmış MAO-A numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



Şekil 46. 5 N yükte aşındırılmış kaplamasız Ti6Al4V 'un farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



Şekil 47. 5 N yükte aşındırılmış MAO-F numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



Şekil 48. 5 N yükte aşındırılmış MAO-A numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri

4. İRDELEME

4.1. Kaplamaların Yapısal Özelliklerinin İrdelemesi

MAO işleminin ilk evrelerinde metal malzemenin yüzeyinin oksit ile kaplanması geleneksel anotlama işlemine benzer şekilde oluşmaktadır. Voltaj değerinin belirli bir kritik sınırının (~300 V) aşılması durumunda, meydana gelen oksit filmin dielektrik kararlılığını yitirmesi ve kırılması neticesinde filmin yüzeyinde mikro deşarjlar oluşmaktadır [72, 76, 77]. Ortaya çıkan bu mikro deşarjlar oksit filmin tüm yüzeyine yayılmaktdır. Sonrasında filmin iç yapısında altlık metalin yüzeyinden oksit kaplamanın yüzeyi doğrultusunda birçok bağımsız "deşarj kanalı" olarak tanımlanan kanallar meydana gelmektedir [21, 50, 76, 78, 79]. Desarj kanallarındaki basınç aniden 10²-10³ MPa' a, sıcaklık ise 10³-10⁴ K'e kadar yükselebilmektedir. Sıcaklık ve basıncta meydana gelen bu ani artış sebebiyle desarj kanallarının altlık malzeme ile kesiştiği bölgelerde altlığın ergimesine neden olmaktadır. Ortaya çıkan şiddetli elektrik alan deşarj kanalının içerisinde türbülans etkisi oluşturmaktadır. Bu etki ile ergimiş olan altlık malzeme ve altlık malzemenin alasım elementleri söz konusu kanalların içine doğru absorbe edilip kanal içerisinde oksitlenmektedir [76, 79]. Elektrolitten gelmiş olan bileşenler, ergiyen altlık bileşenleri ve filmde bulunan oksitli malzemeler deşarj kanallarının içerisinde plazma olarak birlikte bulunabilmektedirler [21, 50, 76, 77, 79, 80, 81]. Oksit kaplama büyümesinin ikinci evresinde deşarj kanallarına absorbe edilip burada oksitlenmiş olan metalik bileşenler deşarj kanalları vasıtasıyla kaplamanın yüzeyine çıkmaktadır. Kanallarda taşıma esnasında oksitlenen metal ve çeşitli reaksiyonlar ile sentezlenen malzemeler kaplamanın yüzeyine çıktıkları anda soğuk elektrolitik çözelti ile teması sonucunda katılaşmakta ve katılaştığı bu bölgede toplanarak kaplamanın kalınlığında artış olmaktadır [81]. Sonrasında çok yüksek sıcaklıklarda olan deşarj kanalının soğumasıyla içerisinde bulanan bileşenler katı halde kanalın duvarlarına birikmektedir [79, 82, 83]. Oksit kaplamanın içerisinde çok sayıdaki birbirinden bağımsız noktalarında meydana gelen bu işlemin tekrarlaması ile birlikte kaplama büyümesi olayı oluşmaktadır. Oluşan MAO kaplamalarının büyüme kinetiği lineerdir. Kaplamanın sahip olacağı kalınlık deşarj parametreleri ile doğrudan ilişkilidir [21, 79].

Fosfat katkılı ve alüminat katkılı iki farklı çözeltide oluşturulan oksit kaplamaları kalınlık açısından incelendiğinde MAO-A numunesinin kalınlığının (± 40,70 µm) MAO-F nuunesinin kalınlığından (± 30,36 µm) yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum MAO için hazırlanan elektrolit çözeltisinin iletkenliğinin yüksek olması halinde kıvılcım boşalma voltajının düşüp, kaplamanın kalınlık miktarının doğrusal bir şekilde artması ile ilişkilendirilmektedir [48]. Bütün kaplama işlemlerinin aynı parametrelerde yapılmasına rağmen kaplama kalınlığındaki ortaya çıkan bu farklılığın, alüminat katkılı çözeltide Ti6Al4V alaşımının yüzeyinde kaplama biriktirme hızının fosfat katkılı çözeltideki kaplama hızından yüksek olması ile ilişkilendirilmektedir.

MAO işleminden sonra numunelerin yüzey pürüzlülüğünün kaplama öncesine kıyasla arttığı Tablo 12' de görülmektedir. MAO işleminin doğasından dolayı yüzeyde çok küçük boyutlarda arklar meydana gelmekte ve elektriksel boşalmalar esnasında mikro boyutlara sahip kanallar ortaya çıkmaktadır. Oluşan bu kanallar vasıtası ile yüzeye malzeme taşınımı gerçekleşmektedir. Deşarj kanallarındaki sıcaklık ve basıncın çok yüksek değerlere ulaşması sonucu altlık malzemenin yüzeyinde ergiyen metal ve oksit karışımından oluşan malzeme, deşarj kanalları ile birlikte kaplama yüzeyine taşınmaktadır [76, 84-88]. Malzemelerin yüzeye taşınmasıyla yüzeyin pürüzlülüğü artmaktadır. Oluşturulan kaplamaların pürüzlülük değerleri, altlığın yüzey pürüzlülüğüne ve işlem boyunca ergiyip yüzeye taşınan malzemeler ile kaplamanın sahip olacağı yüzey yapısı ve mikro şekliyle ilişkilidir [89]. MAO kaplamalarının yüzey pürüzlülüğü, sahip oldukları mikro yapıları ve özellikle sünger benzeri porozlu yapı çıkıntıları tarafından belirlenir. Sünger benzeri çıkıntılar arttıkça pürüzlülük miktarı da artar [35]. Bu nedenle, fosfat katkılı çözeltide kaplanan numune alüminat katkılı çözeltide kaplanan numuneden çok daha yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahiptir. Bu duruma yukarıda belirtildiği gibi MAO-F numunesinde bulunan süngerimsi yapı (Şekil 30a) miktarının MAO-A numesinden (Şekil 30b) çok daha fazla olduşu neden olmaktadır.

Fosfat katkılı ve alüminat katkılı çözeltilerde kaplanmış ve kaplamasız Ti6Al4V numunelerinin faz yapıları Şekil 29' da görüldüğü gibi XRD ile analiz edilmiştir. Her iki kaplamada da altlık malzemeden gelen titanyum ve büyütülen TiO₂'nin anataz ve rutil fazları saptanmıştır. MAO işlemi devam ettiğinde meydana gelen hızlı katılaşma nedeniyle mikro deşarj kanallarının içerisinde oksidasyona uğramamış halde metalik malzemenin bulunabilmesi Ti piklerinin ortaya çıkmasının bir nedeni olarak düşünülmektedir. MAO işleminden sonra kaplama yüzeylerinde çoğunlukla büyütülen TiO₂'nin anataz ve rutil fazı bulunmaktadır. MAO işleminin ilk aşamalarında altlık malzeme üzerinde anataz

oluşmaktadır. MAO işlemi ilerledikçe kaplamanın iç katmanı, mikro deşarj kanallarındaki yerel sıcaklık yükselişi ve kaplamanın iç kısmında basıncın ani bir şekilde artması sonucunda sinterlenmektedir. Bu nedenle, anataz MAO yoluyla iç tabakadaki yüksek sıcaklık ve basınç ile termodinamik olarak kararlı rutile dönüşmektedir [86, 90].

MAO kaplamalarının yüzey mikro yapıları, Şekil 30 ve Şekil 31' de gösterildiği gibi yüzey morfolojileri ile incelenmiştir. Tüm kaplamalar yüzeylerinde MAO işlemlerinde deşarj olaylarının kalıntıları tarafından oluşturulduğu düşünülen tipik mikro gözenekli yapılar içermektedir [91, 92]. MAO işlemi için tercih edilen elektrolit çözeltisinin bileşimi ve konsantrasyonu, oluşturulan oksit filmin yüzey morfolojisine direkt olarak etki etmektedir. Dolayısıyla farklı elektrolitlerde MAO işlemleri ile elde edilen oksit kaplamalar, farklı gözenek boyutu ve dağılımlarına sahip olabilmektedir [29]. Fosfat katkılı ve alüminat katkılı çözeltilerde oluşturulan kaplamaların birbirinden farklı yüzey morfolojisine sahip olmaları, MAO işlemi sırasında meydana gelen mikro arkların boyut ve sayılarındaki farklılıklarla ilişkilendirilmektedir. Fosfat katkılı çözeltide gerçekleştirilen MAO işleminde daha az sayıda ve daha şiddetli deşarjlar meydana gelmektedir. Bu durum sebebiyle büyütülen kaplama daha az sayıda ve daha büyük deşarj kanallarına sahip olmaktadır. Oluşan bu büyük deşarj kanalları içerisindeki taşınan ve yüzeyde biriken malzeme miktarı artmaktadır. Bunun sonucunda da kaplama yüzeyinde daha kaba yapılar meydana gelmektedir. Deşarjların şiddetinin artışı ile birlikte deşarj kanallarındaki ergimiş malzemenin kısmi olarak buharlaşması, Şekil 31' de gösterildiği gibi kaplamanın yüzeyinde küçük gözenekleri olan yapıların miktarının artmasına neden olmaktadır.

MAO-A numunesinin yüzeyinde görülen pürüzsüz yüzey yapılarının (Şekil 31b) altlık malzemeden taşınan ergimiş metalin yüzeye sıvanıp soğuk elektrolitle teması neticesinde katılaşması ile oluştuğu düşünülmektedir [76, 86, 88, 93]. Ortaya çıkan bu yapılar altlık malzemenin yüzeyinde meydana gelen şiddetli mikro deşarjlar sebebiyle kaplamanın kesiti boyunca yüzeye açılan deşarj kanallarının çevresinde oluşmaktadır. Deşarj kanallarının taban bölgelerinde ani sıcaklık ve basınç artışı etkisiyle ergiyen metal deşarj kanallarına dolmakta ve bu kanallar vasıtasıyla yüzeye taşınmaktadır. Yüzeye çıktığı kısımlarda sıvı metal/ metal oksit havuzu meydana gelmektedir. Soğuk elektrolit ile etkileşimi halinde bu yapılar katılaşarak pürüzsüz yapıları oluşturmaktadır [50, 79]. Ayrıca söz konusu olan bu pürüzsüz bölgelerde mikro çatlakların varlığı tespit edilmiştir. Görülen bu mikro çatlakların yüzeyde ortaya çıkan ısıl gerilmelerden kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Sıcaklığı 10³-10⁴ K olan ergimiş metal, deşarj kanallarındaki elektrik alan etkisiyle yüzeye vardığında oda

sıcaklığına sahip olan elektrolit ile teması halinde ani bir şekilde soğumaktadır [21, 50, 76, 77, 79, 80, 81, 94]. Sıcaklık farkı değerinin çok yüksek olması sebebiyle ani katılaşma sırasında şiddetli gerilmeler meydana gelmekte ve bu durum katılaşan malzemenin yüzeyinde mikro çatlakların ortaya çıkmasına yol açmaktadır [94-97]. Ayrıca bu mikro çatlakların MAO-A numunesinde görülüp MAO-F numunesinde görülmemesinin bir diğer nedeni ise alüminat katkılı çözeltinin iletkenliğinin içeriğindeki sodyum alüminattan dolayı daha yüksek olmasıdır. Böylece alüminat katkılı çözeltide kaplama biriktirme hızı daha yüksek olup hızlı katılaşmalar mikro çatlaklara yol açmıştır.

4.2. Tribolojik Özelliklerin İrdelemesi

İki farklı çözelti içerisinde kaplanmış ve kaplanmamış Ti6Al4V numunelerinin tribolojik performanslarının tayini için 1 N, 2,5 N ve 5 N yük altında, normal şartlar altında oda sıcaklığında 6 mm çaptaki alümina (Al₂O₃) bilya ile aşınma deneyleri yapılmıştır.

Şekil 34 - 36'da kaplamasız Ti6Al4V, MAO-F ve MAO-A numunelerinin kayma mesafesi ile sürtünme katsayılarının değişimi gösterilmektedir. Kaplamasız Ti6Al4V numunesinin yüzeyinin pürüzsüz olup doğasından kaynaklı yüzeyinde bulunan pasif oksit tabakasının kırılması sebebiyle, sürtünme katsayısında ani bir artış meydana gelmektedir. Bu ani artışın sebebi; kaplamasız Ti6Al4V numunesinin yüzeyindeki pasif oksit tabakasının belli bir süre sonra kırılması ve ara yüzeyde sürtünmeyi artırmasıdır. Bu da geniş ölçüde abrazyon aşınmanın meydana geldiğini göstermektedir [98]. Kaplamasız Ti6Al4V numunesinin sürtünme katsayısında ortaya çıkan ani artışın, uygulanan yükteki artış ile daha düşük bir kayma mesafesinde meydana geldiği tespit edilmiştir. Bu durum yüzeyindeki pasif oksit tabakasının yüksek yükte daha erken parçalanması ile ilişkilendirilmektedir. Kaplamasız Ti6Al4V numunesinin sürtünme katsayısı, MAO ile kaplanmış numunelerin sürtünme katsayıları ile karşılaştırıldığında açık bir şekilde dalgalanmalar görülmektedir. Kaplamasız Ti6Al4V numunesinin sürtünme katsayısının kararsız bir davranış sergilemesi, bu malzemenin aşınma dayanımının oldukça zayıf oluşundan kaynaklanmaktadır [98, 99]. MAO kaplamaları için, sürtünme katsayısı düşük bir değerden başlar, ancak kısa sürede yüksek bir değere yükselir ve nispeten sabit kalır. Alümina bilya kaplama yüzeyinde kaydığında, ilk aşamada kaplama tabakalarının ilki olan gözenekli - gevşek tabakayla temas etmektedir. Gevşek tabaka yüksek kesme gerilimi altında kolayca hasar görebilmekte ve bu da temas alanının artıp sürtünme katsayısının yükselmesine neden olmaktadır. Sürtünme

devam ettikçe, aşındırıcı bilya kaplamanın ikinci katmanı olan içerdeki yoğun ve sert tabakaya sürtünmektedir. Bu nedenle sürtünme katsayısı hafifçe dalgalanıp stabilize olma eğilimindedir. Şekil 36'da 5 N yükte aşındırılan numunelerin sürtünme katsayısı eğrileri görülmektedir. Burada MAO ile kaplanmış MAO-F ve MAO-A numunelerinin sürtünme katsayılarında ani bir düşüş meydana geldiği görülmektedir. Daha önce yapılmış olan çalışmalara göre [100,101] sürtünme katsayısı eğrisindeki ani düşüş kaplama ömrünün sona ermesi anlamına gelmektedir ve literatürde "geçiş noktası" olarak adlandırılmaktadır [100].

Deneysel sonuçlar MAO-F ve MAO-A numunelerinin kaplamasız Ti6Al4V'a kıyasla yüksek sürtünme katsayısına sahip olduklarını göstermektedir. MAO-F numunesinin ortalama sürtünme katsayısının (Şekil 37) MAO-A numunesinden daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu durum sahip oldukları yüzey pürüzlülükleri ve mikro yapıları ile bağdaştırılmaktadır. Daha yüksek pürüzlülük kayma sırasında şiddetli sürtünmeye neden olmakta ve sürtünme katsayısında bir artış meydana gelmektedir. Bu yüzey pürüzlülüğü arttıkça yüksek bir sürtünme katsayısının elde edilebileceği anlamına gelmektedir [30].

Kaplanmış numunelerin yüzey SEM analizlerine dayanarak (Şekil 30-31), MAO-F numunesi süngerimsi poroz yapı gösterirken, MAO-A numunesi daha kompakt bir yapı göstermektedir. Ancak bu sonuçlar tribolojik testlerin sonuçlarıyla çelişmektedir. MAO kaplamaların yapısının ve bileşiminin, aşınma direncini etkileyen önemli faktörler olduğu yaygın olarak kabul edilmektedir. Daha yüksek kompaktlığa ve aşınmaya daha dirençli maddelere sahip kaplamalar genellikle daha iyi aşınma direnci sergilemektedirler [92, 102]. Şekil 39'da verilen aşınma hacim kaybı (mm³) – yük (N) grafiği incelendiğinde, MAO-F numunesinin aşınma direncinin MAO-A numunesinden çok daha iyi olduğu görülmektedir. Mikro gözenekler ve çatlaklar MAO kaplamaların mekanik özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahiptirler ve kaplamanın sertliğini tamamen yüksek bir değerden çok düşük bir miktara düşürebilmektedirler [86]. Dolayısıyla MAO-A numunesinin SEM görüntülerinde (Şekil 31b) tespit edilen mikro çatlakların ortaya çıkan bu sonuç üzerinde büyük bir etkisinin olduğu düşünülmektedir. Ayrıca MAO-F numunesinin aşınma direncinin MAO-A numusinden daha iyi olduğunu gösteren bir başka durum ise 5 N yük ile yapılan aşınma deneylerinde (Şekil 37) MAO-A numunesinin MAO-F numunesine kıyasla daha düşük bir kayma mesafesinde yüzeyden kaldırılmış olmasıdır.

Kaplamasız Ti6Al4V'un aşınma yüzeyi, kayma yönüne paralel olarak çok sayıda oluk ve çizik izleri içermektedir. Aşınmış yüzeyde açıkça plastik deformasyon izi de görülebilmektedir. Bunlar, genellikle yüksek aşınma oranıyla sonuçlanan abrazyon

aşınmanın tipik özellikleridir. Al2O3'deki pürüzler, kaplamasız Ti6Al4V numunesinin yüzeyinde ciddi bir sürtünme etkisi yaratmakta ve aşınan yüzeyde çizik izleri meydana getirmektedir. Ayrıca Al₂O₃, kaplamasız Ti6Al4V numunesinden çok daha serttir ve kayma sırasında Ti6Al4V' un yüzeyinde plastik deformasyona yol açmaktadır. Yüzeye yakın bir bölgede dislokasyon yığılması meydana gelmekte, bu da yüzeyin altında mikro çatlakların başlamasına neden olmaktadır. Bu çatlaklar yüzeye doğru uzadıkça plastik deformasyon ile birlikte yavaşça aşınma yüzeyine yayılmaktadır. Sonuç olarak, kaplamasız Ti6Al4V numunesinin yüzeyinde ince ve uzun aşınma tabakaları oluşmakta ve parçalanmaktadır. Aşınma tabakaları, Al₂O₃ bilyası ile sürtünme ara yüzünde ufak aşındırıcı parçacıklara öğütülmekte ve daha sonra üç cisimli abrazyon aşınmasına neden olmaktadır. Bu nedenle, kaplamasız Ti6Al4V' un aşınma mekanizması kompozit bir delaminasyon ve abrazyon aşınma biçimidir [103,104]. Şekil 41 MAO-F numunesinin 1 N yükte aşınmış yüzeyinin üzerinde pula benzer yapıların oluştuğunu göstermektedir. Bu morfoloji, Al₂O₃ bilyasının döngüsel gerilimi altında kaplamanın yorulma aşınmasından kaynaklanmıştır [105]. Bu durum kaplamanın yüksek sertlik, düşük tokluk ve düşük yorulma aşınması direncinin bir göstergesidir. 1 N yükte MAO-A numunesinin aşınmış yüzeyinde ise pula benzer yapı izleri bulunmamaktadır. Al₂O₃ bilyanın aşınma yüzeyindeki sürtünme hareketi, bölgesel katmanlara ayrılma belirtisi ortaya çıkarmadan MAO-A numunesinin yüzeyinde (Şekil 42) parlatma ve düzgünleştirme etkisi meydana getirmiştir. 2,5 N yükte yapılan aşındırma işleminin ardından kaplamasız Ti6Al4V'un aşınma yüzeyi ile kaplanmış numunelerin

işleminin ardından kaplamasız Ti6Al4V'un aşınma yüzeyi ile kaplanmış numunelerin aşınma yüzeyleri kıyaslandığında kaplamaların aşınma yüzeylerinin nispeten daha düzgün olduğu görülmektedir. MAO-F ve MAO-A numunelerinin aşınma yüzeyleri (Şekil 44 - 45) , kanal açma ve plastik deformasyona dair belirgin izler olmaksızın göreceli olarak pürüzsüzdür. Aşınma tabakası kalıntıları deşarj boşluklarının içerisine dolar ve kaplamaların gözenekli mikro yapılarında nispeten düzgün bölge oluşturur. MAO-F ve MAO-A numuneleri abrazyon aşınması özelliği gösterirler, ancak aşınma dereceleri kaplamasız Ti6Al4V numunesinden daha düşüktür. Ayrıca aşınma yüzeylerinde bulunan mikro gözenekler hala daha kaplamanın varlığını göstermektedir. 5 N yükte yapılan aşınma işlemlerinde her iki kaplamada yüzeyden tamamen kaldırıldığı için aşınma yüzeyleri kaplamasız Ti6Al4V numunesinin aşınma yüzeyi ile benzer özelliklere sahiptirler.

5. SONUÇLAR

Bu çalışmada fosfat katkılı çözelti (8 gr/l Na₂SiO₃ + 2 gr/l KOH + 6 gr/l Na₂HPO₄) ve alüminat katkılı çözelti (8 gr/l Na₂SiO₃ + 2 gr/l KOH + 6 gr/l NaAlO₂) olarak iki farklı elektrolit içerisinde Ti6Al4V alaşımının yüzeyinde MAO işlemi ile oksit kaplamalar oluşturulduktan sonra bu kaplamaların yapısal ve tribolojik özellikleri incelenmiştir. Çalışmada elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

1. Mikro ark oksidasyon işleminden sonra kaplanan numunelerin tüm yüzeylerinde homojen bir oksit tabakası elde edilmiştir.

2. Mikro ark oksidasyon işleminden sonra her iki çözelti içerisinde kaplanan numunelerin oksit renklerinin gri olduğu görülmüştür. Ancak MAO-A numunesinin yüzey renginin MAO-F numunesine kıyasla daha koyu renkte olduğu sonucuna varılmıştır.

3. Mikro ark oksidasyon işleminin ortaya çıkan kaplamaların pürüzlü bir yüzey ve gözenekli yapıya sahip olmalarına sebep olduğu görülmüştür. Çok fazla sayıda ve farklı boyutlarda ortaya çıkan mikro ergimelerden dolayı süngere benzer yapılar, farklı boyutlara sahip çok sayıda kısmen dairesel geometrik şekilleri olan mikro gözenek yapıları ve basınç ve gerilmeden kaynaklanan mikro çatlaklar tespit edilmiştir.

4. Alüminat katkılı çözeltide büyütülen kaplama kalınlığının (\pm 40,70 µm) fosfat katkılı çözeltide büyütülen kaplamanın kalınlığından (\pm 30,36 µm) yüksek olduğu kaydedilmiştir.

5. Kaplamaların TiO₂ 'nin rutil ve anataz fazları ile birlikte Ti6Al4V altlık malzemeden gelen Ti içerdiği görülmüştür.

6. MAO ile kaplanmış ve kaplanmamış tüm numunelerde en yüksek sürtünme katsayısı 1 N yükte ortaya çıkmış olup numunelerin sürtünme katsayı değerleri artan yükle azalmıştır.

7. MAO-F numunesinin aşınma direnci 1 N yük altında MAO-A numunesinden düşük olduğu halde 2,5 ve 5 N yükteki aşındırma işleminde MAO-A numunesinden daha yüksek bir aşınma direnci göstermiştir.

6. ÖNERİLER

1. MAO işlemi için farklı parametrelerin etkileri incelenip tercih edilmiş olan elektrolit içerisine mikro gözenekleri doldurup kaplamanın pürüzlülük ve sürtünme katsayısını azaltacak nanopartiküller eklenebilir.

2.Aşınma testlerinde farklı tür ortamlar kullanılarak MAO kaplamaların ve Ti6Al4V alaşımının tribolojik performansları belirlenebilir.

3.MAO kaplamalarının ve Ti6Al4V alaşımının yüksek sıcaklık aşınma davranışları değerlendirilebilir.

4. Kaplama-altlık malzeme arasındaki yapışma özellikleri incelenebilir.

7. KAYNAKLAR

- 1. Güleryüz, H., ve Çimenoğlu, H., Surface Modification of a Ti–6Al–4V Alloy by Thermal Oxidation. <u>Surface & Coatings Technology</u>, 192 (2005) 164–170.
- 2. ASM Metals Handbook, Properties and Selection: Stainless Steels, Tool Materials and Species-Purpose Metals Titanium and Titanium Alloys, 9. Editin, 3, 352.
- 3. Beazley, T.M., Events and Trends in Metal and Materials Commodities, <u>Journal of the Minerals Metals&Materials Society</u>, (1996).
- 4. Meyer, S., Gorges, R., and Kreisel, G., Preparation and Characterisation of Titanium Dioxide Films for Catalytic Applications Generated by Anodic Spark Deposition, <u>Thin</u> <u>Solid Films</u>, 450 (2004) 276-281.
- 5. Ye, H., Liu, X., and Hong, H., Cladding of Titanium of Titanium/Hydroxapatite Composites Onto Ti6Al4V for Load-bearing İmplant Applications, <u>Materials Science</u> <u>and Engineering C</u>, 29 (2009) 2036-2044.
- 6. Paital, S., and Dahotre, N., Calcium Phosphate Coatings for Bio-implant Applications: Materials, Performance Factors and Methodologies, <u>Materials Science and</u> <u>Engineering R</u>, 66 (2009) 1-70.
- Vangölü, Y., Arslan, E., Totik, Y., Demirci, E., and Alsaran, A., Optimization of The Coating Parameters for Micro-arc Oxidation of Cp-Ti, <u>Surface & Coatings</u> <u>Technology</u>, 205 (2010) 1764–1773.
- 8. Leyens, C., and Peters, M., Titanium and Titanium Alloys. Wiley-VCH. Köln, Germany, 2003.
- 9. Yoshiki Oshida, Bioscinece and Bioengineering of Titanium Materyals, Elsevier. Amesterdam, The Netherlands, 2007.
- Motorcu, A.R., Nikel Esaslı Süper Alaşımların ve Titanyum Alaşımlarının İşlenebilirliği, II. Bölüm: Seramik Kesici Takımların Performanslarının Değerlendirilmesi. <u>Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi</u>, 7 (2010) No: 2, 117.
- 11. Benjamin, D., ASM Committee on Titanium and Titanium Alloys, Titanium and Titanium Alloys, in <u>ASM Metals Handbook</u>, 9. Edition, (1990) 3-352, ASM, USA.

- 12. Boyer, R., Weisch, G., and Collings, E.W., Material Properites Handbook: Titanium Alloys, ASM, USA, 1998.
- 13. Wei, S., and Malinov, S., Titanium Allays: Modelling of Microstructure, Properties and Applications, CRC pres. Cambridge, UK, 2009.
- Yalçın, B., ve Varol, R., Sinterlenmis Titanyum Alaşımlarının Aşınma Performansı ve Bazı Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi, <u>Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der.</u>, 24,1 (2009) 63-72.
- 15. Chen, J., Shi Y., Wang, L., Yan, F., and Zhang, F., 2006. Preparation and Properties of Hydroxyapatite-containing Titania Coating by Micro-arc Oxidation, <u>Materials Letters</u>, 60 (2006) 2538-2543.
- 16. Erokhine, A., Voevodin, A., and Schmertzler, R., <u>US Patent</u>. 5, 24 (1998) 720-866.
- 17. Samsonov, V., and Hiterer, M., <u>US Patent</u>, 5, 1 (1997) 229-616.
- Snizhko, L.O., Yerokhin, A.L., Pilkington, A., Gurevina, N.L., Misnyankin, D.O., Leyland, A., Matthews, A., Anodic Processes in Plasma Electrolytic Oxidation of Aluminium in Alkaline Solutions, Electrochim. Acta, 49 (2004) 2085-2095.
- 19. Demirci, E.E., Manyetik Sıçratma (Cfubms) ve Mikro Ark Oksidasyon (MAO) Teknikleri İle Ti6Al4V Alaşımının Dubleks Yüzey Modifikasyonu, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum, 2014.
- Özkara, İ.M., 2024 Alüminyum Alaşımının Mikro Ark Oksidasyon Yöntemiyle Kaplanması ve Yüzey Özelliklerinin Geliştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye, 2009.
- 21. Yerokhin, A.L., Nie, X., Leyland, A., Matthews, A., and Dowey S.J., Plasma Electrolysis for Surface Engineering, <u>Surface and Coatings Technology</u>, (1999) 73-122.
- Wang, Y., Jiang, B., Lei, T., Jia, D., and Zhou, Y., Research Development of Wear Resisitance Coatings on Ti6Al4V Allaoy Surface, <u>Engineering of material</u>, 3 (2003) 38-43.
- Guo, H.F., An, M.Z., Huo, H.B., Xu, S., and Wu, L.J., Microstructure Characteristic of Ceramic Coatings Fabricated on Magnesium Alloys by Micro-arc Oxidation in Alkaline Silicate Solutions. <u>Applied Surface Science</u>, 252 (2006) 7911–7916.

- Günyüz, M., Uğurlu, F., Çavus, O., Baydoğan, M., Sener, C., and Çimenoğlu, H., Mikro Ark Oksidasyon İşlemi Uygulanmış Ti6Al4V Alaşımlarının İn-vivo Biyouyumluluk Özelliklerinin İncelenmesi, <u>Mühendis ve Makine</u>, 51, 2009, 600.
- 25. Günyüz, M., Titanyum ve Alaşımlarının Mikro Ark Oksidasyon İşlemi ile Kaplanması, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2007.
- Çimenoğlu, H., Günyüz, M., Torun Köse, G., Baydoğan, M., Uğurlu F., and Şener, C., 2011. Micro-arc Oxidation of Ti6Al4V and Ti6Al7Nb Alloys for Biomedical Applications, <u>Materals Characterization</u>, 60 (2011) 304-311.
- 27. Haitao, J., Zhongcai, S., and Benqin, J., Effect of Electrolyte Composition on Photocatalytic Activity and Corrosion Resistance of Micro-arc Oxidation Coating on Pure Titanium, <u>Procedia Earth and Planetary Science</u>, 2 (2011) 156-161.
- 28. Yang, Y., and Wu, H., 2012. Effects of Current Density on Microstructure of Titania Coatings by Micro-arc Oxidation, J. Mater. Sci. Technol., 28,4 (2012) 321-324.
- Wanxia, T., Jikang, Y., Gang, Y., Guoyou, G., Jinghong, D., Jiamin, Z., Yichun, L., Zhe, S., and Jianhong, Y., Effect of Electrolytic Solution Concentrations on Surface Hydrophilicity of Micro-arc Oxidation Ceramic Film Based on Ti6Al4V Titanium Alloy, <u>Rare Metal Materials and Engineering</u>, 43,12 (2014) 2883-2888.
- 30. Li, H., Sun, Y., and Zhang, J., Effect of ZrO2 Particle on The Performance of Microarc Oxidation Coatings on Ti6Al4V, <u>Applied Surface Science</u>, 342 (2015) 183–190.
- Zhang, R.F., Qiao, L.P., Qu, B., Zhang, S.F., Chang, W.H., and Xiang, J.H., Biocompatibility of Micro-arc Oxidation Coatings Developed on Ti6Al4V Alloy in a Solution Containing Organic Phosphate, <u>Materials Letters</u>, 153 (2015) 77-80.
- Gu, Y., Chen, L., Yue, W., Chen, P., Chen, F., and Ning, C., 2016. Corrosion Behavior and Mechanism of MAO Coated Ti6Al4V with a Grain-fined Surface Layer, <u>Journal</u> of Alloys and Compounds, 664 (2016) 770-776.
- Ping, W., Ting, W., Hao, P., and Yang, G.X., Effect of NaAlO2 Concentrations on The Properties of Mmicro-arc Oxidation Coatings on Pure Titanium, <u>Materials</u> <u>Letters</u>, 170 (2016) 171-174.
- Shokouhfar, M., and Allahkaram, S.R., Effect of Incorporation of Nanoparticles with Different Composition on Wear and Corrosion Behavior of Ceramic Coatings Developed on Pure Titanium by Micro Arc Oxidation, <u>Surface & Coatings</u> <u>Technology</u>, 309 (2017) 767-778.

- Li, Q., Yang, W., Liu, C., Wang, D., and Liang, J., Correlations Between The Growth Mechanism and Properties of Micro-arc Oxidation Coatings on Titanium Alloy: Effects of Electrolytes, <u>Surface & Coatings Technology</u>, 316 (2017) 162-170.
- 36. Ayday, A., Mikro Ark Oksidasyon İşlemi ile Kaplanan Ti6Al4V Alaşımının Yüzey Karakterizasyonu ve Korozyon Özelliklerinin İncelenmesi, <u>Sakarya Üniversitesi Fen</u> <u>Bilimleri Enstitüsü Dergisi</u>, 22, 2 (2017) 243-247.
- 37. Wang, C., Ma, F., Liu ,P., Chen, J., Liu, X., Zhang, K., Li, W., and Han, Q., The Influence of Alloy Elements in Ti6Al4V and Ti35Nb2Ta3Zr on The Structure, Morphology and Properties of MAO Coatings, <u>Vacuum</u>, 157 (2018) 229-236.
- Durdu, S., Aktuğ, S.L., Korkmaz, K., Yalçın, E., and Aktaş, S., Fabrication, Characterization and İn Vitro Properties of Silver-incorporated TiO2 Coatings on Titanium by Thermal Evaporation and Micro-arc Oxidation, <u>Surface & Coatings</u> <u>Technology</u>, 352 (2018) 600-608.
- Xie, R., Lin, N., Zhou, P., Zou, J., Han, P., Wang, Z., and Tang, B., Surface Damage Mitigation of TC4 Alloy Via Micro Arc Oxidation for Oil and Gas Exploitation Application: Characterizations of Microstructure and Evaluations on Surface Performance, <u>Applied Surface Science</u>, 436 (2018) 467-476.
- 40. Xu, L., Wu, C., Lei, X., Zhang, K., Liu, C., Ding, J., and Shid, X., Effect of Oxidation Time on Cytocompatibility of Ultrafine-grained Pure Ti in Micro-arc Oxidation Treatment, <u>Surface & Coatings Technology</u>, 342 (2018) 12-22.
- 41. Donachie, M.J., Titanium: A Technical Guide, ASM International, Metal Park, Ohio. 1989.
- 42. Leyens, C., Kocian, F., Hausmann, J., and Kaysser, W.A., Materials and Design Concepts for High Performance Compressor Components, <u>Aerospace Science and Technology</u>, 7, 3 (2003) 201-210.
- Arslan, E., Totik, Y., Demirci, E.E., ve Efeoğlu, I., Wear and Adhesion Resistance of Duplex Coatings Deposited on Ti6Al4V Alloy Using MAO and CFUBMS, <u>Original</u> <u>Research Article Surface and Coatings Technology</u>, 214 (2013) 1-7.
- 44. Xuanyong, L., Paul, K. and Chuanxian, D., Surface Modification of Titanium, Titanium Alloys, and Related Materials for Biomedical Applications, <u>Materials</u> <u>Science and Engineering</u>, 47 (2004) 49-121.
- 45. Hussein, R.O., Nie, X., and Northwood, D.O., An Investigation of Ceramic Coating Growth Mechanisms in Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) Processing, <u>Electrochim.</u> <u>Acta.</u> 112 (2013) 111–119.

- 46. Xue, W., Deng, Z., Lai, Y. and Chen, R., Analysis of Phase Distribution for Ceramic Coatings Formed by Microarc Oxidation on Aluminum Alloy. Journal of the American Ceramic Society, 81, 5 (1998) 1365-1368.
- 47. Xiaozhan, Y. and Yedong, H., Cathodic Micro-Arc Electrodeposition of Thick Ceramic, <u>Electrochemical and Solid-State Letters</u>, 5 (2002) 33-34.
- 48. Makhlouf, A. and Scharnweber, D., <u>Handbook of Nanoceramic and Nanocomposite</u> <u>Coatings and Materials</u>, 1st edition, Elsevier, (2015) 257-266.
- 49. Zhang, R.F., Shan, D.Y., Chen, R.S. and Han, E.H., Effects of Electric Parameters on Properties of Anodic Coatings Formed on Magnesium Alloys. <u>Materials Chemistry</u> <u>and Physics</u>, 107 (2008) 356-373.
- 50. Hussein, R. A., Nie, X. and Northwood, D.O., Influence of Process Parameters on Electrolytic Plasma Discharging Behaviour and Aluminum Oxide Coating Microstructure, <u>Surface and Coatings Technology</u>, 205 (2010) 1659-1667.
- 51. Yao-hui, L., Song, L, Si-rong, Y., Xian–rong, Z., and Bai-ming, Z., Effect of Magnesium in Aluminium Alloys on Characteristics of Mikro Arc Oxidation Coatings, <u>Trans Nonferrous Met. Soc.</u> China, (2006) 1624-1629.
- 52. Dong, H., Surface Engineering of Light Alloys: Aluminium, Magnesium and Titanium alloys, 1. Baskı, Woodhead Publishing Limited CRC Press LLC, 2010.
- 53. Guo-Hua, Lv., Effects of Graphite Additives in Electrolytes on The Microstructure and Corrosion Resistance of Alumina PEO Coatings, <u>Current Applied Physics</u>, In Press, 2008.
- 54. Abalı, S., TiO₂ Ergiyiğinden Rutil ve Anataz Fazlarının Çekirdeklenme Kinetigi Kasım-Aralık / November-December 2007/No.23
- 55. Mergel, D., Buschendorf, D., Eggert, S., Grammes, R., and Samset, B., Density and Refractive Index of TiO₂ Films Prepared by Reactive Evaporation, <u>Thin Solid Films</u>, 371, 1-2 (2000) 218-224.
- 56. SONGUR, F., Ti6Al4V ELI Alaşımı Üzerine Nanokompozit TiO₂: n-HA Kaplamaların PEO Yöntemi İle Büyütülmesi; Yapısal-Korozyon-Biyoaktivite Özelliklerinin Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2015.
- 57. Mutlu, İ., Seramik Katkılı Asbestsiz Otomotiv Fren Balatası Üretimi ve Frenleme Karakteristiğinin Deneysel Olarak İncelenmesi, Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kasım, 2002.

- 58. Karagöz, Y., Metallerde Aşınma Yorulması, İzmir, Mart, 2004.
- 59. Gök, M. S., Düşük ve Orta Karbonlu Çeliklerin Yüzeyine TIG Kaynak Metoduyla Kaplanan Ostenitik Paslanmaz Çelik Tozunun Aşınma Direncine Karbür İçeriğinin Etkisinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elâzığ, 2008.
- 60. Şişman, L., Bir Aşınma Deney Cihazının Tasarım ve İmalatı, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Temmuz,1999.
- 61. Koç, E., Makina Elemanları Cilt 2. Nobel Yayınevi, 425s. Adana, 2007.
- 62. Eyre, T. S., Friction and Wear Control in Industry, Surface Engineering, 1991.
- 63. Bozacı, A., Makina Elemanları Cilt 2. Çağlayan Kitabevi, 418s, İstanbul, 2005.
- 64. Salman, Ö., Yağlama Yağı İçin Bitkisel Yağların ve Esterlerinin Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta, 2011.
- 65. Ay, İ., Hasar Analizi Ders Notları, Balıkesir Üniversitesi, İnternet Sitesi, http://w3.balikesir.edu.tr/~ay/?view=lectures, Erişim Tarihi: 10.02.2020
- 66. Sert, Y., Nitrürlenmiş H13 Çeliği Yüzeyine Kaplanan TiAlZrN Tabakasının Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 2016.
- 67. Akkurt, M., Makina Elemanları Cilt 1. Birsen Yayınevi, 440s, İstanbul, 1990.
- 68. Bağcı, M., Cam Elyaf Takviyeli Kompozit Malzemelerin Erozyon Aşınma Davranışının İncelenmesi, Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 2010.
- 69. Kayalı, Y., Plazma Pasta Borlama Yöntemiyle Borlanmış AISI D2 Çeliğinin Aşınma ve Elektrokimyasal Korozyon Davranışlarının İncelenmesi, <u>Afyon Kocatepe</u> <u>Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi</u>, 19, 1 (2019) 177-185.
- Barut, N., Yavuz, D. ve Kayalı, Y., Borlanmış AISI 5140 ve AISI 420 Çeliklerinin Difüzyon ve Adhezyon Davranışlarının İncelenmesi, <u>Afyon Kocatepe Üniversitesi</u> <u>Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi</u>, 14, 1 (2014) 1-8.

- 71. Büyükkelleci, Ü., Yeni Bir Aşınma Test Cihazı Tasarımı ve Bazı Metallerin Aşınma Davranışlarının Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elâzığ, 2008.
- 72. Kato, K. and Adachi, K., Wear Mechanisms, Modern Tribology Handbook, Edited by Bharat Bhushan, 1, 273-300, CRC Press, 2001.
- 73. Ulutan, M., AISI 4140 Çeliğinin Yüzey Sertleştirme İşlemleri ve Kaplama Yöntemleri Sonrası Mekanik Davranışlarının Araştırılması, Doktora Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, 2007.
- 74. ASTM G133-05, Standart Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-flat Sliding Wear, <u>ASTM International</u>, 2010.
- 75. Yerokhin, L., Discharge Characterization in Plasma Electrolytic Oxidation of Aluminium, Journal of Physics D-Applied Physics, 36, 17 (2003) 2110-2120.
- Hussein, R.O., Spectroscopic Study of Electrolytic Plasma and Discharging Behaviour During The Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) Process, <u>Journal of Physics D:</u> <u>Applied Physics</u>, 43, 10 (2010) 105-203.
- Yerokhin, A.L., Spatial Characteristics of Discharge Phenomena in Plasma Electrolytic Oxidation of Aluminium Alloy, <u>Surface and Coatings Technology</u>, (2004) 779-783.
- Yerokhin, A.L., Lyubimov, V.V., and Ashitkov, R.V., Phase Formation in Ceramic Coatings During Plasma Electrolytic Oxidation of Aluminium Alloys, <u>Ceramics</u> <u>International</u>, 24,1 (1998) 1-6.
- 79. Sundararajan, G., and Krishna, L.R., Mechanisms Underlying The Formation of Thick Alumina Coatings Through The MAO Coating Technology, <u>Surface and Coatings</u> <u>Technology</u>, 167, 2-3 (2003) 269-277.
- Krishna, L.R., Kinetics and Properties of Micro Arc Oxidation Coatings Deposited on Commercial Al Alloys, <u>Metallurgical and Materials Transactions A</u>, 38,2 (2007) 370-378.
- 81. Snezhko, L.A., Pulsed Conditions for Production of Silicate Coatings in a Spark Discharge, <u>Protection of Metals</u>, 16, 3 (1980) 287-289.
- 82. Zhang, R.F., and Zhang, S.F., Formation of Micro-arc Oxidation Coatings on AZ91HP Magnesium Alloys, <u>Corrosion Science</u>, 51, 12 (2009) 2820-2825.

- 83. Xue, W.B., Effect of Microarc Discharge Surface Treatment on The Tensile Properties of Al-Cu-Mg Alloy, <u>Materials Letters</u>, 56, 5 (2002) 737-743.
- Nie, X., Leyland, A., Song, H.W., Yorekhin, A.L., Dowey S.J., and Matthews A., Thickness Effects on The Mechanical Properties of Micro-arc Discharge Oxide Coatings on Aluminium Alloys. <u>Surface & Coatings Technology</u>, 116 (1999) 1055-1060.
- Krishna, L.R., Somaraju K.R.C., and Sundararajan G., The Tribological Performance of Ultra-hard Ceramic Composite Coatings Obtained Through Micro Arc Oxidation. <u>Surface & Coatings Technology</u>, 163 (2003) 484-490.
- 86. Curran, J.A. and Clyne T.W., Porosity in Plasma Electrolytic Oxide Coatings. Acta Materialia, 54, 7 (2006) 1985-1993.
- Dunleavy, C.S., Golosnoy I., Curran J.A., and Clyne T.W., Characterisation of Discharge Events During Plasma Electrolytic Oxidation., <u>Surface & Coatings</u> <u>Technology</u>, 203, 22 (2009) 3410-3419.
- Rakoch, A.G., Khokhlov, V.V., Bautin, A.V., Lebedeva NA., Magurova, Y.V., and Bardin I.V., Model Concepts on The Mechanism of Micro Arc Oxidation of Metal Materials and The Control over This Process, <u>Protection of Metals</u>, 42, 2 (2006) 158-169.
- 89. Ming-Giang, P., Guan-Xin, C., Dong-Bo, W., and Sci-Chun, D., Influence of Processing Parameters on Coatings Surface Roughness of Aluminium Alloy, <u>Transactions of Nonferrous Metals Society of China</u>, 19 (2009) 392-397.
- Arrabal, R., Incorporation of Zirconia Particles into Coatings Formed on Magnesium by Plasma Electrolytic Oxidation, <u>Journal of Materials Science</u>, 43, 5 (2008) 1532-1538.
- Li, Q.B., Liang, J., and Wang, Q., Plasma Electrolytic Oxidation Coatings on Lightweight Metals, in: M. Aliofkhazraei (Ed.), <u>Modern Surface Engineering</u> <u>Treatments</u>, Intech, Rijeka, (2013) 75–99.
- Li, Q.B., Liang, J., Liu, B.X., Peng, Z.J., and Wang ,Q., Effects of Cathodic Voltages on Structure and Wear Resistance of Plasma Electrolytic Oxidation Coatings Formed on Aluminium Alloy, <u>Appl. Surf. Sci.</u> 297 (2014) 176–181.
- Gu, W.C., Characterisation of Ceramic Coatings Produced by Plasma Electrolytic Oxidation of Aluminum Alloy, <u>Materials Science and Engineering</u>: A, 447,1-2 (2007) 158-162.

- 94. Lv, G., Characteristic of Ceramic Coatings on Aluminum by Plasma Electrolytic Oxidation in Silicate and Phosphate Electrolyte, <u>Applied Surface Science</u>, 253, 5 (2006) 2947-2952.
- 95. Matykina, E., Plasma Electrolytic Oxidation of a Zirconium Alloy under AC Conditions, <u>Surface and Coatings Technology</u>, 204, 14 (2010) 2142-2151.
- 96. Xue, W., Characterization of Ceramic Coatings Fabricated on Zirconium Alloy by Plasma Electrolytic Oxidation in Silicate Electrolyte, <u>Materials Chemistry and Physics</u>, 120, 2-3 (2010) 656-660.
- Cheng, Y., Characterization of Plasma Electrolytic Oxidation Coatings on Zircaloy-4 Formed in Different Electrolytes with AC Current Regime, Electrochimica Acta, 56, 24 (2011) 8467-8476.
- 98. Long, M., and Rack, H.J., Titanium Alloys in Total Joint Replacement a Materials Science Perspective, <u>Biomaterials</u>, 19, 1621 (1998).
- Shi, W., Dong H., and Bell T., Tribological Behaviour and Microscopic Wear Mechanisms of UHMWPE Sliding Against Thermal Oxidation-Treated Ti6Al4V, <u>Materials Science and Engineering</u>, A-291 (2000) 27–36.
- 100. Martini, C., Ceschini, L., Tarterini, F., Paillard, J.M., and Curran, J.A., PEO Layers Obtained from Mixed Aluminate–Phosphate Baths on Ti–6Al–4V: Dry Sliding Behaviour and Influence of a PTFE Topcoat, Wear, 269 (2010) 747–756.
- 101. Xie, H., Cheng, Y., Li, S., Cao, J., and Cao, L., Wear and Corrosion Resistant Coatings on Surface of Cast A356 Aluminum Alloy by Plasma Electrolytic Oxidation in Moderately Concentrated Aluminate Electrolytes, <u>Trans. Nonferrous Metals Soc.</u> <u>China</u>, 27 (2017) 336–351.
- 102. Aliofkhazraei, M., Sabour Rouhaghdam A., and Shahrabi, T., Abrasive Wear Behaviour of Si3N4/TiO2 Nanocomposite Coatings Fabricated by Plasma Electrolytic Oxidation, <u>Surf. Coat. Technol</u>, 205 (2010) 41–46.
- 103. Lin, N.M., Liu Q., Zou, J.J., Li, D.L., Yuan, S., Wang, Z.H., and Tang, B., Surface Damagemitigation of Ti6Al4V Alloy via Thermal Oxidation for Oil and Gas Exploitation A pplication: Characterization of The Microstructure and Evaluation of The Surface Performance, RSC Adv. 7 (2017) 13517–13535.
- 104. Zhou, P., Lin, N.M., Tian, W., Yao, X.F., Tian, L.H., and Tang, B., Wear and Corrosion Resistance of Microarc Oxidation Coatings on TC4 Alloy, <u>Surf. Technol</u>. 44(2015) 14–20.

- 105. Chen, Z., Lu, S., Song, X., Zhang, H., Yang, W., and Zhou, H., <u>Opt. Laser Technol.</u> 66 (2015) 166–174.
- 106. Bayati, M. R., Golestani-Fard, F., Moshfegh, A. Z. ve Molaei, R., In Situ Derivation of Sulfur Activated TiO₂ Nano Porous Layers Through Pulse-micro Arc Oxidation Technology, <u>Materials Research Bulletin</u>, 46 (2011) 1642-1647.



ÖZGEÇMİŞ

Eda YELKENCİ 1993 yılında Artvin'de doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Artvin'de tamamladı. Borçka Anadolu Lisesinden 2012 yılında mezun olup aynı yıl içerisinde Karadeniz Teknik Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünü kazandı ve 2016 yılında mezun oldu. Yine aynı yıl içerisinde Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans eğitimine başladı. Eda YELKENCİ iyi derecede İngilizce bilgisine sahiptir.

